



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

**CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS HISTÓRICAS
DA RUÍNA DE SÃO MIGUEL ARCANJO/RS**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Paula Nader Rodrigues

**Santa Maria, RS, Brasil
Julho 2013**

CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS HISTÓRICAS DA RUÍNA DE SÃO MIGUEL ARCANJO/RS

por

PAULA NADER RODRIGUES

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Santa Maria para obtenção do grau de
Mestre em Engenharia Civil.

Área de Concentração: Construção Civil

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Cechella Isaia

Santa Maria, RS, Brasil

Julho, 2013

Nader Rodrigues, Paula

CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS HISTÓRICAS DA RUÍNA DE
SÃO MIGUEL ARCANJO/RS / por Paula Nader Rodrigues.-2013.

142 p.; il.; 30cm

Orientador: Geraldo Cechella Isaia

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Maria, Centro
de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, RS, 2013

1. argamassa histórica 2. caracterização físico-química
3. preservação I. Cechella Isaia, Geraldo II. Título.

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de Geração Automática da
Biblioteca Central da UFSM, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

©2013

Todos os direitos autorais reservados a Paula Nader Rodrigues. A reprodução de
partes ou do todo deste trabalho só poderá ser feita mediante a citação da fonte ou
com autorização por escrito do autor. Endereço eletrônico: arq.nader@gmail.com

Universidade Federal De Santa Maria
Centro De Tecnologia
Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
Aprova a Dissertação de Mestrado

CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS HISTÓRICAS
DA RUÍNA DE SÃO MIGUEL ARCANJO/RS

elaborada por

Paula Nader Rodrigues

como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Engenharia Civil

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. Geraldo Cechella Isaia
(Presidente/Orientador)

Prof. Dr. Antonio Luiz Guerra Gastaldini (UFSM)

Prof. Dr. Ângela Borges Masuero (UFRGS)

Santa Maria, julho de 2013

Dedico
À minha família querida.
Ao meu marido Márcio,
à minha doce Alice, filha amada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que contribuíram de uma forma ou outra para o desenvolvimento desta dissertação de mestrado, em especial: ao meu orientador Dr. Geraldo Cechella Isaia por acreditar em mim, sua paciência e rica contribuição. A professora Dr. Ângela Borges Masuero do NORIE, aos colegas que obtive ao longo da minha jornada, ao IPHAN na 12ª Superintendência Regional e Escritório Técnico das Missões onde seus profissionais auxiliaram e foram muito atenciosos, em especial ao arquiteto Vladimir Stello, e a arquiteta Candice Ballestere.

A Professora Dr. Denise Saad da UFSM, por ter me dado a primeira oportunidade.

Ao Professor Eng, Aleir Fontana De Paris pelos ensaios de MEV, e sua paciência.

A Marília secretária do PPGEC da UFSM, pela sua força e ajuda.

Aos professores e pesquisadores Dr. Marcos Zen Vasconcellos do Instituto de Física da UFRGS, responsável pelo Laboratório de Microanálise e Dra. Ruth Hinrichs do Departamento de Geologia do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da UFSM.

A todos que de uma forma ou outra não estão aqui, mas sabe que contribuíram.

As várias conversas com meu cunhado.

A minha irmã pelo apoio e incentivo.

Aos meus sogros pela tolerância e as faltas.

Ao abrigo e carinho do meu irmão e sua família.

A minha família que sempre está comigo.

Aos meus pais pelo que sou!

Ao meu marido, por sua dedicação, apoio, e amor e....”tens que terminar, isso”....!!!!

A Deus, obrigado por tudo!

Como uma árvore, a sociedade, quanto mais firme e profundamente tiver suas raízes fixadas no substrato do passado, tanto mais forte e resistente desenvolve seu tronco no presente, e, tanto mais garantirá à sua copa, no futuro, a capacidade de florir e frutificar sadia e absolutamente.

(DELPHIM, 1999, p.05).

RESUMO

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
Universidade Federal de Santa Maria

CARACTERIZAÇÃO DAS ARGAMASSAS HISTÓRICAS DA RUÍNA DE SÃO MIGUEL ARCANJO/RS

Autora: Paula Nader Rodrigues
Orientador: Dr. Geraldo Cechella Isaia
Data e Local da Defesa: Santa Maria, 05 de julho de 2013.

A Redução de São Miguel Arcanjo é um dos sete povos missioneiros que se instalaram no Rio Grande do Sul, sendo datada de aproximadamente 1687 no atual sítio. Hoje os vestígios de seus remanescentes, fazem parte do Patrimônio Nacional e Declarados Patrimônio da Humanidade pela UNESCO desde 1983.

A grande importância deste sítio histórico sugere a pesquisa, em realizar estudos sobre as argamassas de revestimento ainda existente em partes da ruína.

Descobrir a composição química e física é um dos objetivos da pesquisa, que visa identificar os principais materiais constituintes da argamassa, bem como a existência ou não da cal e a forma com que esta se apresenta, além de levantar a hipótese da procedência da cal utilizada ser ou não da região missioneira do RS. Também visa demonstrar a importância das análises laboratoriais, como Difração de Raios-X, Análise Termogravimétrica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), entre outras, em trabalhos de investigação e conservação de monumentos.

Através da análise de DRX e ATR-IR foi possível verificar o uso de argamassa de natureza calcítica, como também a presença de aragonita no conjunto 2 (sacristia) e hidroxiapatita no conjunto 1 (fachada Norte). De acordo com o histórico do monumento existe uma probabilidade do carbonato de cálcio ser, na variação da aragonita, originado da carapaça de caramujo molusco *Physa* SP. O caulim presente na análise de difração de raios X (DRX) sugere uma contaminação do substrato, pois o tijolo era de argila local. Com as imagens obtidas por MEV e EDS, constatou-se a presença de fibras orgânicas e de um ligante rico em cálcio.

A necessidade de uma conservação preventiva em monumentos ou em edificações de interesse histórico torna este trabalho de cunho investigativo e científico. O conhecimento dos materiais originais e o uso de materiais compatíveis para restauro é o passo inicial para uma boa intervenção e para não acelerar o processo de degradação de construções históricas.

Palavras-chaves: argamassa histórica; caracterização físico-química; preservação

ABSTRACT

Dissertation of Master's Degree
Federal University of Santa Maria, RS, Brazil

HISTORICAL MORTARS CHARACTERIZATION FROM SÃO MIGUEL ARCANJO RUIN, RS, BRASIL.

AUTHOR: PAULA NADER RODRIGUES

ADVISOR: GERALDO CEHELLA ISAIA

Date and Place of the defense: Santa Maria, July 05, 2013

Reduction of the Archangel Michael, is one of seven people missionaries who settled in Rio Grande do Sul, is dated approximately 1687 in the current site. Today the remains of their remaining part of National Heritage and Declared a World Heritage Site by UNESCO since 1983.

The great importance of this historic site suggests research in studies on the mortar coating still exists in parts of the ruin.

Discover the physical and chemical composition is one of the objectives of the research, which aims to identify the main constituents of the mortar materials, as well as whether or not the lime and the way it presents itself. In addition, to hypothesize the origin of the lime used or not of the Misiones region of RS. It also aims to demonstrate the importance of laboratory tests, such as X-Ray Diffraction, Thermogravimetric Analysis, Scanning Electron Microscopy (SEM), among others, in research and conservation of monuments.

Through the XRD analysis and ATR-IR was verified using mortar nature calcite as well as the presence of aragonite in the second set (sacristy) and hydroxyapatite in the first set (front north). According to the history of the monument there is a probability of calcium carbonate is, the variation of aragonite, originated from the snail shell snail *Physa* SP. Kaolin analysis of this X-ray diffraction (XRD) analysis suggests a contamination of the substrate because the clay brick was spot. With the images obtained by SEM and EDS, showed the presence of organic fibers and a binder rich in calcium.

The need for preventive conservation of monuments or buildings of historical interest makes this work of investigative and scientific nature. The knowledge of the original materials and the use of compatible materials for restoration is the first step to a good intervention and not to accelerate the deterioration of historic buildings.

Keywords: historical mortars, physicochemical characterization, preservation.

LISTA DAS ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Município de São Miguel das Missões, demarcado no mapa de regiões do RS. Fonte: http://pt.wikipedia.org/wiki/S%C3%A3o_Miguel_das_Miss%C3%B5es	34
Figura 2.. Mapa atual com a localização dos remanescentes dos trinta povos missioneiros. Fonte: STELLO, 2005, pag 15.....	34
Figura 3. Fragmento de reboco utilizando tabatinga e fragmento de caracóis. Fonte: STELLO, 2005 pag. 40.....	36
Figura 4. Fragmento de Reboco utilizando material a ser identificado, amostra SMA2D. Fonte: Foto do autor.....	36
Figura 5. Camadas de argamassa de revestimento. Fonte: CARASEK, H, 2007.....	38
Figura 6. Ciclo de fabricação e endurecimento da Cal (Fonte: Karam 2008) Adaptado...	43
Figura 7. Ocorrência de minerais no RS. Imagem da região com jazidas de calcário no estado do RS. Fonte site: http://www.cprm.gov.br/ , (Serviço Geológico do Brasil, ou Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais).....	44
Figura 8. Compostos Presentes na Calcinação. Fonte: GUIMARÃES, 2002, pag. 84.....	45
Figura 9. Classificação granulométrica dos agregados. Adaptado de Carasek, 2007, cap 16, Isaia 2007.....	48
Figura 10. Diagrama da Metodologia utilizada para a caracterização das amostras de argamassas de revestimentos das Ruínas de São Miguel Arcanjo. *Dissolução ácida não foi realizada por ser destrutiva. (adaptado VEIGA et al, 2001, e NASCIMENTO et al, 2009)...	63
Figura 11. Corte esquemático das camadas encontradas nas amostras de argamassa de revestimento. Fonte: CARASEK, 2007. cap. 26. Adaptado.....	64
Figura 12. Ruínas de São Miguel Arcanjo, 1846, DEMERSAY. Fonte: CUSTÓDIO 2000..	66
Figura 13. Ruínas da Igreja de São Miguel das Missões, 2011. Foto do autor.....	67
Figura 14. Conjunto I - Fachada da Ruína (externa). Fonte: Foto do Autor.....	69
Figura 15. Conjunto II - Sala da Sacristia (interna) Fonte: Foto do Autor.....	69
Figura 16. Planta Baixa da Antiga Igreja de São Miguel Arcanjo. Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS.....	70
Figura 17. Fachada Norte. Escolha do Local da retirada das amostras SMA-1A, SMA-1B, SMA-1C. Fonte: Foto do Autor.....	71
Figura 18. Marcação Local a ser extraída a amostra. Fonte: Foto do Autor.....	71
Figura 19. Paisagem e Armazenamento. Laboratório do Escritório Técnico das Missões do IPHAN/RS. Fonte: Foto do autor.....	71

Figura 20. Esquema em Planta Baixa, local da extração das amostras da Fachada Norte Provável material de revestimento <i>tabatinga</i> . Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS.....	73
Figura 21. Esquema em Planta Baixa, local da extração das amostras da Sacristia Provável material de revestimento cal de calera da região. Intervenção em 1762. Amostra SMA-2D, provável argamassa de tabatinga e caracóis. Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS.....	73
Figura 22. Equipamento utilizando o modo ATR – FTIR. Fonte: Fotos do autor.....	78
Figura 23. Difrátogramas: amostra SMA-1B e SMA-2C: a) comparativo entre amostras do conjunto 1 e 2 com a respectiva identificação dos picos: Em azul material comum as amostras, preto somente nas amostras do conjunto 2 e vermelho somente nas amostras do conjunto 1. b) comparativo em região ampliada.....	88
Figura 24. a) Espectros de infravermelho das amostras do conjunto 1 com a indicação dos picos principais de absorção. b) Detalhe da região entre 1300 e 400 cm^{-1}	92
Figura 25. a) Espectros de infravermelho das amostras do conjunto 2 com a indicação dos picos principais de absorção. b) Detalhe da região entre 1300 e 400 cm^{-1}	93
Figura 26. Espectros de infravermelho das amostras SMA-1B e SMA-2D, característicos do conjunto 1 e 2, com seus principais picos indicados.....	97
Figura 27. Espectros de infravermelho das amostras SMA-1B e SMA-2D, região ampliada indicando a presença de bandas características de: calcita, aragonita e hidroxiapatita.....	97
Figura 28. Termogramas TG/DTG: amostras SMA-1B, e SMA-2C.....	98
Figura 29. Termogramas: curvas de perda de massa de todas as amostras.....	99
Figura 30. Termogramas: curvas DTG para todas as amostras.....	100
Figura 31. Razão $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}_{\text{hid}}$ em relação à perda de $\% \text{CO}_2$ para as amostras do conjunto 1 (SMA-1) e conjunto 2 (SMA-2), em comparação com dados e classificação da Cal reportados por Moropoulou et al (2005).....	102
Figura 32. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1A.....	106
Figura 33. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1B.....	106
Figura 34. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1C.....	107
Figura 35. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2A.....	107
Figura 36. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2B.....	108
Figura 37. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2C.....	108
Figura 38. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2D.....	109
Figura 39. Curvas granulométricas do conjunto 1 e conjunto 2.....	112

Figura 40. Mapa de solos do Rio Grande do Sul e localização geográfica do município de São Miguel das Missões. Fonte: http://www.scp.rs.gov.br	113
Figura 41. Mapa do relevo de São Miguel das Missões mostrando as bacias hidrográficas dos rios. Fonte: INCRA.....	113
Figura 42. Documento de autorização de retirada das amostras da Ruína de São Miguel Arcanjo.....	131
Figura 43. Fluxograma do método de análise química para argamassa utilizado pelo IPT/SP. Fonte: BT/PCC/207 Reconstituição de Traço de Argamassas: Atualização do Método IPT. QUARCIONI. V. A.; CINCOTTO, M. A. 27 p. 1998.....	132
Figura 44. Ficha de Descrição do procedimento para análise de argamassa. Fonte: TEUTONICO, 1988, pag.116.....	133
Figura 45. Mapa de localização das regiões com jazidas de calcário Dolomítico encontrado na Região Sul. Fonte: http://www.scp.rs.gov.br/atlas	134
Figura 46. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1A.....	135
Figura 47. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1B.....	135
Figura 48. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1C.....	136
Figura 49. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2A.....	136
Figura 50. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2B.....	137
Figura 51. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2C.....	137
Figura 52. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1A.....	138
Figura 53. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1B.....	138
Figura 54. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1C.....	138
Figura 55. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2A.....	139
Figura 56. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2B.....	139
Figura 57. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2C.....	139
Figura 58. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2D.....	140
Figura 59. Sequência de preparação das amostras para ser utilizadas com as técnicas de IFTR-IR, DRX, TG e DTG.....	140
Figura 60. Imagem da Ficha construída para esta pesquisa de campo. Frente.....	142
Figura 61. Imagem da Ficha construída para esta pesquisa de campo. Verso.....	142

LISTA DAS EQUAÇÕES

Equação 1. Lei de Bragg.....	53
-------------------------------------	----

LISTA DOS QUADROS

Quadro 1. Relação característica e propriedade conferida a argamassa.....	40
Quadro 2. Influência das características da areia nas propriedades da Argamassa. Fonte: Sabbatini (1986, apud POSSER, 2004).....	46
Quadro 3. Aditivos Naturais, argamassas antigas. Fonte: Kanan (2008)	49
Quadro 4. Relação entre simetrias e parâmetros de rede. Fonte: Bleicher e Sasaki, (2000).....	53
Quadro 5. Regiões aproximadas relativo a absorção de tipos comuns de ligações químicas (apenas vibrações de estiramento). Fonte: Pavia, 2010.....	55
Quadro 6. Tamanho das peneiras mais utilizadas para análise granulométrica.....	60
Quadro 7. Registro do Peso, Local, e Posição da extração das amostras da Ruína de São Miguel Arcanjo (SMA).....	72
Quadro 8. Relação Fachada Norte e local retirada. Fonte: Fotos do autor.....	74
Quadro 9. Relação Imagens internas da Sacristia Velha, local retirada, hoje museu. Fonte: Fotos do autor.....	75
Quadro 10. Observação visual das amostras.....	84
Quadro 11. Características observadas com microscópio óptico das amostras de agregados.....	84
Quadro 12. Aspectos gerais das amostras de agregados miúdos.....	85
Quadro 13. Composição mineralógica das amostras por DRX e sua abundância relativa.....	86
Quadro 14. Bandas de espectros no infravermelho reportados na literatura.....	89
Quadro 15. Bandas de absorção no infravermelho observadas nas amostras de ambos os conjuntos em relação a intensidade.....	94
Quadro 16. Resultados de DTG. Perda de massa por intervalo de temperatura, e temperatura de pico obtida por DTG para todas as mostras.....	100
Quadro 17. Resultados de TG/DTG típicos para ligantes à base de cal de acordo com Moropoulou (2005) e Marques (2005).....	101
Quadro 18. Tabela resumida de voláteis, teor de CaCO ₃ em % e razão CO ₂ /H ₂ O _{hid} obtidos a partir da TG/DTG.....	102
Quadro 19 Composição elementar das amostras por MEV-EDS e ocorrência.....	105
Quadro 20. Análise granulométrica do conjunto 1 e conjunto 2.....	112

ABREVIATURAS

ATR: Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada

ATG/DTG: Análise térmica Diferencial

CaCO₃ : Carbonato de Cálcio

CIENTEC/ RS: Fundação de Ciência e Tecnologia do Estado do Rio Grande do Sul.

CPRM: Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais ou Serviço Geológico do Brasil

DRX/XRD: Difração de Raios - X

DTG: Derivada primeira da TG

HCL: Ácido Clorídrico

ICDD: International Center for Diffraction Data

IPHAN: Instituto do Patrimônio Histórico e Artístico Nacional

IPT/SP: Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo

JCPDS: Joint Committee for Powder Diffraction Standards

MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura

MEV-EDS: Microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva

MF: Módulo de Finura

MO: Microscópio Óptico

NTPR/BA: Núcleo de Tecnologia da Preservação e Restauro. Escola Politécnica da

SMA: São Miguel Arcanjo

TG: Análise Termogravimétrica

UFBA: Universidade Federal da Bahia.

UNESCO: Organização das Nações Unidas para a Educação, a Ciência e a Cultura

Nomenclatura das Amostras

SMA1A – Parede Externa – Fachada da Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA1B – Parede Externa – Fachada da Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA1C – Parede Externa – Fachada da Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA2A – Parede Interna da Sacristia próximo da cimalha - Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA2B – Parede Interna da Sacristia- Cimalha - Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA2C – Parede Interna da Sacristia – Base da Cúpula - Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

SMA2D – Parede Interna da Sacristia da Ruína de São Miguel Arcanjo – Missões/RS.

LISTA DOS ANEXOS

ANEXO - I. Autorização de retirada do material para estudo e pesquisa desta dissertação.....	131
ANEXO - II. Procedimento de reconstituição de traço pelo IPT/SP.....	132
ANEXO - III. Ficha de Descrição do procedimento simplificado de caracterização de argamassa descrito por TEUTONICO, 1988.....	133
ANEXO - IV. Mapa de localização das regiões com jazidas de calcário Dolomítico encontrado na Região Sul.....	134
ANEXO - V. Diagramas de Difração de raios X.....	135
ANEXO - VI. Figuras que mostram a análise granulométrica e gráficos, conjunto 1.....	138
ANEXO - VII. Figuras que mostram a análise granulométrica e gráficos, conjunto 2.....	139
ANEXO - VIII. Sequência de preparação das amostras.....	140
ANEXO - IX. Fichas descritivas para a coleta das amostras.....	141

SUMÁRIO

RESUMO	08
ABSTRACT	09
LISTA DAS ILUSTRAÇÕES	10
LISTA DAS EQUAÇÕES	12
LISTA DE QUADROS	13
ABREVIATURAS	14
LISTA DOS ANEXOS	16
CAPÍTULO I	20
1. INTRODUÇÃO	20
1.1 Objetivos Gerais	22
1.2 Objetivos Específicos	22
1.3 Importância da Pesquisa	23
1.4 Estrutura da Dissertação	24
CAPÍTULO II	26
2. REVISÃO TEÓRICA	26
2.1 Caracterização de Argamassas Antigas	26
2.2 Argamassas Antigas – Visão Geral	31
2.3 Contexto Histórico de São Miguel Arcanjo/RS	33

2.4 Argamassas de Revestimento	37
2.4.1 Caracterização	37
2.4.2 Função	38
2.4.3 Propriedade	39
2.4.4 Constituintes	40
2.4.4.1. Cal	41
2.4.4.2 Agregado	46
2.4.4.3 Aditivos	48
2.4.4.4 Substrato	50
2.5 Técnicas de Caracterização das Argamassas Históricas	52
2.5.1 Difração de raios X (DRX)	52
2.5.2 Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada (ATR-IR)	54
2.5.3 Análise Térmicas (TG/DTA)	55
2.5.4 Microscopia Óptica (MO)	56
2.5.5 Microscopia eletrônica de varredura com EDS (MEV-EDS)	56
2.5.6 Análise química	57
2.5.7 Análise Granulométrica	59
CAPÍTULO III	61
<hr/>	
3. PROGRAMA EXPERIMENTAL	61
3.1 Metodologia Usada	61
3.2 Descrição do Monumento estudado	65
3.3 Retirada das Amostras	68
3.4 Preparação das Amostras	76
3.5 Técnicas de Caracterização	77
3.5.1 Ensaio de Caracterização adotado - (DRX)	77
3.5.2 Ensaio de Caracterização adotado - (ATR-IR)	77
3.5.3 Ensaio de Caracterização adotado - (TG/DTA)	78
3.5.4 Ensaio de Caracterização adotado - (MO)	78
3.5.5 Ensaio de Caracterização adotado - (MEV-EDS)	79
3.5.6 Ensaio de Caracterização adotado - Análise química	79
3.5.7 Ensaio de Caracterização adotado - Análise Granulométrica	80

CAPÍTULO IV	81
4. RESULTADOS: APRESENTAÇÃO, ANÁLISE E DISCUSSÃO	81
4.1 Análise Histórica	81
4.2 Análise Visual da Amostras	83
4.3 Identificação e Caracterização do Aglomerante e Agregado	85
4.3.1 Aglomerante	85
4.3.1.1 Difração de raios x	86
4.3.1.2 Espectroscopia de infravermelho (ATR-FTIR)	89
4.3.1.3 Análise termogravimétrica (TG/DTG)	98
4.3.1.4 MEV-EDS	104
4.3.2 Agregado	111
CAPÍTULO V	115
5. CONCLUSÕES	115
CAPÍTULO VI	119
6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	119
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	120

CAPÍTULO I

1. INTRODUÇÃO

Entender as edificações históricas significa também compreender materiais que perduraram durante décadas e séculos e como os novos materiais de reconstituição se comportam nas obras, é o passo inicial para as intervenções de conservação e restauração terem sucesso (Kanan, 2008). A compatibilidade entre os materiais, o substrato antigo e a nova camada de reconstituição, torna a caracterização de argamassa antiga um assunto de grande importância, pois a preocupação com a preservação cultural, tem se tornado crescente nos últimos tempos.

O objeto deste estudo é a argamassa antiga e suas técnicas de caracterização, pois entre as várias funções que desempenha, a de proteção da estrutura caracteriza a importância desta para com os prédios históricos. Embora ainda existam profissionais que façam a retirada de todo os rebocos em uma obra de restauro, ou por questões estéticas ou por não possuir o devido conhecimento de como resgatá-lo. Logo é necessário expandir os conhecimentos sobre técnicas, ensaios, e métodos de intervenção de como proceder para a reconstituição do traço de argamassas antigas. O uso de técnicas para a caracterização da microestrutura da argamassa auxilia na fundamentação teórica de um tipo de reconstituição de traço a ser adotado, porém busca-se aprimorar as pesquisas para assim poder ampliar os conhecimentos e chegar a um resultado com confiabilidade aceitável.

Com base nesta situação, se propõe listar as técnicas de caracterização mais utilizadas para análise de argamassas antigas, utilizando amostras de argamassas de um monumento.

Para enfatizar a importância do tema das argamassas antigas, utiliza-se nesse trabalho um monumento que possui reconhecimento como Patrimônio Nacional pelo IPHAN, e declarado como Patrimônio da Humanidade pela UNESCO, desde 1983. As ruínas de São Miguel Arcanjo, fazem parte dos Sete Povos das Missões que se localiza no, hoje, Estado do Rio grande do Sul. A redução formada por jesuítas e guaranis, em 1687, possui características visíveis na arquitetura, na

arte religiosa e até mesmo nas cerâmicas, da mistura das duas culturas, a européia com os jesuítas e dos índios guaranis (Stello, 2005).

Este trabalho se restringirá apenas as argamassas de revestimento da Redução de São Miguel Arcanjo, não discorrendo sobre suas intervenções e evoluções. Estes assuntos podem ser vistos em outros autores como Busaniche (1955), Leal (1984), Custodio (2002), Stello (2005) e outros.

As amostras foram retiradas da argamassa de revestimento na fachada e na Sacristia Antiga, formando dois conjuntos com três amostras da fachada Norte e quatro amostras da sacristia Antiga, totalizando sete amostras. O baixo número de amostras se deve à falta de material original no monumento e a postura de não realizar procedimentos destrutivos neste, limitando-se apenas ao mínimo necessário.

Conforme Kuhl (2004), o tratamento das superfícies é um problema de restauração e deve ser tratado como um ato histórico-crítico. A superfície é a “pele”, o “órgão de choque” do edifício e não uma simples roupagem, mas sim testemunho do decorrer da história.

De acordo com Carasek (2007), quanto a aplicação das argamassas, em revestimento ou assentamento, irão desempenhar funções distintas. As argamassas de revestimento de camada única, sua função principal é a de proteção da estrutura contra intemperismo. A função das argamassas de assentamento é unir as partes, distribuir as cargas, absorver as deformações e selar juntas.

Para Cincotto e Carneiro (1999), argamassa é composta de duas partes, uma ativa (aglomerante) e outra inerte (agregado) que compõe uma curva de distribuição granulométrica, muito utilizada como método para dosagem das argamassas (traço).

Os revestimentos argamassados ainda sofrem algumas discriminações em um processo de restauro, pois ainda são tratados sem nenhuma preocupação quanto ao registro. técnicas ancestrais são perdidas como resultado do desconhecimento da constituição e da tecnologia envolvidos, sendo menosprezado o seu valor histórico. Logo há preocupação com o desenvolvimento de métodos e técnicas que permitam a conservação dos revestimentos ainda sobreviventes (Veiga, 2003).

Em muitos países o estudo da composição de argamassas antigas desempenha um papel fundamental nas investigações evolutivas de uma edificação, pois os conhecimentos de seus constituintes levam a identificar técnicas de construção utilizada nos períodos passados.

Trabalhar com argamassas antigas pressupõe um estudo minucioso de sua composição e como a nova argamassa de reconstituição irá se comportar em um substrato tão antigo. Para estudar a composição destas requer utilizar técnicas de caracterização química, mineralógica e estrutural, pois somente assim é possível conhecer seus constituintes (Veiga *et al*, 2001).

Conforme Kanan (2008), o trabalho de investigação não se responde com um único método de análise, mas combinando-os e recolhendo informações sobre o bem.

A Fundação de Ciência e Tecnologia - CIENTEC centro de pesquisas tecnológicas do Rio Grande do Sul, possui um método simplificado de caracterização de argamassas, o qual indica o agregado e o aglomerante com a separação física dos materiais constituintes por calcinação, a 700°C, e logo após por separação química através do ataque por solução saturada de cloreto de amônia, e posterior ataque de ácido clorídrico. A análise granulométrica foi realizada conforme a NBR NM 248/2003, a qual será apresentada no texto deste trabalho.

1.1 Objetivo Geral

O trabalho tem por objetivo geral o levantamento e a análise das principais características físicas e químicas das argamassas das Ruínas de São Miguel Arcanjo, segundo técnicas experimentais específicas aplicáveis a cada caso.

1.2 Objetivos Específicos

- Verificar a possível origem das cales, suas naturezas geológicas mineral ou animal (concha);
 - Identificar e caracterizar o aglomerante e o agregado, e por último aprofundar o conhecimento dos materiais utilizados à época da construção;
 - Realizar a análise das técnicas de caracterização de materiais mais utilizadas na área de restauro de argamassas, tais como, difração de raios-X (DRX),
-

Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada (ATR), análise termogravimétrica (ATG/DTA), microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS), análise química e análise granulométrica, (este tópico deve vir em primeiro lugar);

- Desenvolver uma metodologia adequada para estudo dos materiais de argamassas antigas;
- Investigar a origem da fonte de matéria prima (mineral ou animal);
- Identificar se a matéria prima se encontra nas amostras bruta ou processada;
- Examinar a existência ou não de cal na argamassa, podendo, assim, identificar a possível época histórica em que esta ocorreu.

1.3 Importância da Pesquisa

Destacar a importância de estudos relativos a argamassas (revestimento e assentamento) antigas pressupõe futuras intervenções restaurativas mais embasadas, conscientes e respeitadas para com os monumentos e obras. A manutenção de edificações históricas vem se tornando fundamental para a permanência destas, como memória e como identidade cultural de um povo. Intervenções equivocadas e sem embasamento técnico acabam acelerando o processo de degradação da obra e muitas vezes levando a perda total. A utilização das ruínas de São Miguel da Missões/RS como estudo de caso serve para evidenciar a importância do assunto, pois é um monumento que já passou por vários processos de intervenção, sempre seguindo os conceitos de cada época na qual foi realizado. Ainda hoje permanece forte como marco cheio de significância, onde seus remanescentes possuem vestígios de materiais originais de mais de 300 anos de história, pois datam de 1687.

A caracterização da argamassa desse monumento, declarado Patrimônio da Humanidade, nos ajudará desvendar a mistura utilizada na época, e com isso contribuir para futuras intervenções quando necessárias.

A idéia de trabalhar com a pesquisa em argamassas históricas reforça a importância dos revestimentos nessas edificações. Conforme a literatura indica,

muitas destas argamassas antigas são compostas de materiais inorgânicos, somente barro, ou cal. A tentativa de caracterizar esse material descobrindo sua composição, principalmente o seu aglomerante, nos ajuda a conhecer um pouco mais da história e dos materiais utilizados na época.

Segundo a literatura, consta que na região das missões não havia disponibilidade a cal, logo sua argamassa era apenas de barro. A utilização de técnicas de caracterização de microestrutura de materiais ajudará a comprovar ou não a existência desse material.

Este trabalho não somente caracterizará a argamassa de um monumento de grande importância, como também mostrará as técnicas utilizadas para análise desse tipo de material.

No Rio Grande do Sul, destaca-se a instituição CIENTEC como centro de pesquisas com grande conhecimento na área de argamassas. A CIENTEC utiliza um método simplificado de caracterização de argamassas antigas onde se reconhece o aglomerante e o agregado buscando a mesma textura da original. Será apresentado esse método de uma forma simplificada e complementando-o com demais técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios-X (DRX), microscopia ótica (MO), análise química, análise granulométrica, análise termogravimétrica (ATG), Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada (ATR-IR) para a caracterização dos materiais.

Espera-se que esse trabalho auxilie na escolha da técnica de caracterização das argamassas antigas, possibilitando o conhecimento do agregado e do aglomerante.

Muito embora se saiba que é impossível se chegar à mesma argamassa original, a preocupação em restaurar com uma argamassa o mais compatível com o substrato deve ser tratada com grande relevância em projetos de restauração.

1.4 Estrutura da dissertação

Esta dissertação está organizada em 6 capítulos, de acordo com a exposição a seguir.

No capítulo I, apresenta-se a Introdução com a problemática relativa as argamassas antigas, como a importância de entender este material que se mantém

durante décadas e séculos em uma edificação. Utilizando de um monumento Patrimônio da Humanidade para demonstrar toda a pesquisa e enfatizando as técnicas de caracterização. Neste capítulo também se explica os objetivos onde se destaca a importância em determinar as características físicas e químicas com técnicas experimentais mais adequada, como a Difração de Raios-X, Análise Termogravimétrica, Microscopia Óptica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), ATR-IR e Análise granulométrica,

No capítulo II são apresentados os estudos que os pesquisadores realizam sobre a caracterização deste material, bem como também uma visão geral das argamassas antigas e suas misturas. Ocorre ainda neste capítulo a contextualização Histórica das Ruínas de São Miguel Arcanjo/RS, e uma breve descrição sobre as argamassas de revestimento e seus constituintes, com foco nos materiais utilizados antigamente.

No capítulo III é mostrado o programa experimental utilizado, detalhando a retirada e preparação das amostras, metodologia e técnicas de caracterização que foram realizadas durante a pesquisa.

O capítulo IV contém a análise e discussão dos resultados obtidos, onde se segmentou a identificação e caracterização do aglomerante e do agregado.

E para finalizar, há a apresentação de conclusões e considerações finais demonstradas no capítulo V, seguidas de sugestões para pesquisas futuras dos trabalhos com argamassas antigas, no capítulo VI.

CAPÍTULO II

2. REVISÃO TEÓRICA

2.1 Caracterização de Argamassas Antigas

O estudo sobre a caracterização de argamassas antigas consolida-se cada vez mais e adquire relevância perante a comunidade científica. Este assunto está intimamente ligado ao tema da preservação do patrimônio cultural. Conhecer a argamassa original o mais possível e assim obter resultados para uma argamassa de restauro é um dos aspectos a serem considerados em projetos de intervenção.

Com base no princípio fundamental visto em vários teóricos pensadores sobre restauração, como na Carta de Veneza (1964) e por Brandi (2004), dentre os aspectos que interferem diretamente em restauro de revestimentos, pode-se citar o conceito de intervenção mínima que é a premissa para trabalhos em argamassas antigas.

As argamassas são um dos produtos mais utilizados na construção civil, desde o tempo do antigo Egito e Oriente Médio, quando o gesso e a cal desempenhavam a função de material ligante das partes, muito embora a argila fosse anteriormente usada em seu estado natural como forma de unir peças de mesma natureza. Foram os romanos e os gregos, entretanto, que exploraram e utilizaram outros materiais como aditivos para, gradativamente, aumentar a resistência mecânica da argamassa. Foi assim que iniciaram o desenvolvimento da argamassa hidráulica, Moropoulou, et al (2002, apud Marques, 2005).

As transformações que o produto argamassa vem sofrendo ao longo de muitas décadas e centenas de anos, fazem com que se tornem necessárias investigações aprofundadas para conhecimento e melhor aprendizado do assunto, principalmente quanto ao conhecimento de argamassas antigas.

Para Marques (2005), a compatibilidade físico-química e mecânica entre a argamassa de restauro e a original deve ser garantida nos procedimentos de reabilitação de uma edificação, porém sem descuidar da estética, o que

normalmente só é conseguido utilizando o mesmo tipo de materiais. Mesmo assim a compatibilidade não é totalmente assegurada.

Na reconstituição de uma argamassa antiga é necessário o conhecimento da mistura utilizada, do substrato de aderência e as condições climáticas que poderiam interferir, uma vez que fatores químicos, físicos e biológicos interferem diretamente na composição dos materiais de construção.

Conforme Santiago (2002) é praticamente impossível tirar conclusões definitivas da composição da argamassa caso tenham sido usados aditivos orgânicos, já que tais substâncias sofrem alterações consideráveis com o passar dos anos. Logo a reconstituição do traço com exatidão é algo impraticável.

Consoante com a idéia de Santiago (2002) é Veiga (2003), embora seja sabido que muitas lacunas não serão preenchidas pois algumas questões como as condições climáticas, estado do substrato, relação de água, tipo de água, modo de amassadura, tempo, e algumas misturas orgânicas não sejam possíveis ser analisadas e dificilmente reproduzidas, a compreensão desse assunto requer estudos sobre a composição destas argamassas antigas, tanto para o entendimento das técnicas, processos e materiais utilizados.

A CIENTEC, Fundação de Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, indica que a argamassa de restauro deva atender alguns aspectos importantes, que a reconstituição do traço seguirá. Afirma Recena (2007) que estes são: a compatibilidade entre substrato e argamassa de restauro, apresentação de textura e cor o mais próximo da original, e mesma resistência, garantindo a preservação da imagem do edifício histórico cuja argamassa de restauro não será mais resistente que a original,

Um dos centros de referencias com materiais da área de construção civil, e pesquisas com os mais diferentes focos, foi utilizado neste trabalho como fonte relevante, para a construção do pensamento investigativo, o Laboratório Nacional de Engenharia Civil de Portugal (LNEC). Neste os pesquisadores, na área das pesquisas em Patologia e caracterização de materiais antigos, realizam diversas pesquisas sobre os danos as causas, e como solucioná-las. Após exaustiva investigação é realizado os relatórios e pareceres no qual é disponibilizado a comunidade em geral, onde estes foram referenciados neste trabalho.

Desta forma com base científica e investigativa, pode-se obter informações sobre os a natureza dos materiais e quais os melhores para serem utilizados de maneira compatível.

Conforme Nascimento et al (2009), o IPT/SP, realiza em seu método de trabalho análise mineralógica por difratometria de raios-X, análise petrográfica, análise química, e microscopia óptica para caracterização de argamassas antigas. Um ponto de relevância é o acesso de informações históricas da obra pelo laboratório, já que elas auxiliam na interpretação dos resultados. Com base neste procedimento, Nascimento et al, (2009) identificaram no prédio principal da Faculdade de Medicina de São Paulo, as duas naturezas da cales utilizadas, uma dolomítica e outra calcífica, como também a provável procedência do agregado de rio.

Alguns aspectos *in loco* da obra podem ser utilizados, como foi realizado no restauro do Mercado Municipal de São Paulo. Nessa obra, o aspecto superficial e a aderência ao substrato (som cavo), juntamente com muito bom senso, balizaram as áreas a serem recuperadas, conforme Helene (1997).

Para a caracterização de revestimento externo, Gonçalves e Oliveira (2009), realizaram a análise histórica da Catedral São Francisco de Paula em Pelotas/RS, estudando as ampliações, e intervenção relatadas na literatura existente sobre a edificação. A identificação dos fenômenos patológicos e aderência dos revestimentos foram realizadas no local e, para a caracterização química e física das amostras de argamassa, foram utilizadas técnicas de análises de composição química, distribuição granulométrica, análise petrográfica, permeabilidade, absorção, porosidade e densidade aparentes e análise microestrutural por EDS (MEV). Dessa forma conseguiram identificar que o agregado, na sua maioria, era formado por areia média; com MEV, identificaram os componentes da argamassa, como a presença de mica, do tipo biotita e moscovita.

Na caracterização físico-química realizada nas amostras da Catedral de Évora em Portugal, Adriano (2006) utilizou diversas técnicas como difração de raios-X (DRX), análise termogravimétrica (ATG), microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura acoplada a espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (MEV-EDS), espectrofotometria de absorção atômica (EAA), potenciometria, gravimetria, absorção de água por capilaridade, resistência mecânica, porosimetria

de intrusão de mercúrio. Com tais técnicas foi possível determinar a composição, o estado de conservação e as causas da degradação da argamassa.

Neste trabalho Adriano (2006), mostrou a necessidade de uma metodologia de caracterização de argamassa antiga e que, pela utilização de diversas técnicas de análise de material, é possível não apenas determinar o traço e os constituintes, como também a procedência dos materiais utilizados na sua formulação e, ainda relacionar as propriedades físicas e químicas com prováveis alterações. Com a análise de DRX, constatou a presença de cal de natureza calcítica, com perda de massa entre 500 e 900°C pela ATG, e agregado tipo silicioso. Em outras amostras, a cal era de natureza dolomítica, demonstrado pelos termogramas.

Para Candeias et al (2006), é clara a necessidade de desenvolver e sistematizar uma metodologia para caracterizar o estudo de argamassas antigas. Este estudo inicia-se com uma amostragem, tamanho da amostra, observação in loco, observação ao microscópio (presença de fibras, cal em pedaços e ou aditivos) e, por conseguinte, a desagregação da amostra para as análises de caracterização. Logo após, vêm as análises microestrutural, mineralógica e química, a composição da argamassa, a análise física e das camadas cromáticas.

Para Silvertein (2000), a técnica de análise por radiação na banda de infravermelho fornece dados em relação às moléculas orgânicas, uma vez que estas absorvem e convertem a radiação em vibração molecular, fenômeno conhecido por *Espectro de Infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR)*.

A reconstituição de traço pelo método do IPT para argamassas convencionais de cimento Portland, cal hidratada e agregado quartzoso está baseada em análise química quantitativa. A argamassa é atacada com ácido clorídrico, dando origem a duas frações distintas, uma insolúvel e outra solúvel. A fração solúvel é composta pelos aglomerantes e a insolúvel pelo agregado e, ainda, a fração volátil quantifica as reações ocorridas após aplicação da argamassa. O traço é dado pela relação aglomerante e agregado. Porém, para as argamassas inorgânicas, esse método possui algumas limitações relacionadas com a natureza e composição dos constituintes. O método é adequado para agregado quartzoso e não para agregado carbonático (este não fica insolúvel ao ataque ácido). Argamassa com material pozolânico geralmente se torna insolúvel ao ataque de ácido clorídrico, o que impossibilita a utilização deste método. A caracterização por espectrofotometria de

absorção atômica pode ser utilizada para confirmar parâmetros dos resultados da análise química por via úmida, para Quarcioni (1998).

Motta (2004) em seu estudo objetivou propiciar o embasamento para a formulação de um material de reparo nas edificações históricas de Santa Catarina, submetendo as amostras a análises de difratometria de raios-X, termogravimetria (TG) e (DTA), MEV; espectrometria no infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR); espectrometria de absorção atômica (AAS); análise gravimétrica; análise das características dos agregados por sedimentologia (granulometria) e dissolução da argamassa em HCL quente (relação entre aglomerante e agregado). Com base em suas análises foi identificada não só a cal como aglomerante principal e presença de aglomerantes hidráulicos, como também a existência de fragmentos cerâmicos.

A complexidade dos materiais antigos, no caso as argamassas, torna necessário mais de um tipo de técnica para a caracterização das amostras, em que muitas devem ser usadas em conjunto, contribuindo para resultados mais realistas, embora, como já foi mencionado, existam características deixadas nos anos de sua existência que não serão reproduzidas, principalmente em argamassas orgânicas.

Para Cruz e Santos (2006) na antiga Sé de Elvas, foi possível identificar o uso de pozolana artificial na composição da argamassa, com o emprego das técnicas de: análise química por via úmida (ácido clorídrico e ácido nítrico): observação à lupa binocular; microscopia ótica de transmissão – Petrografia; difractometria de raios X; análise termogravimétrica (TG) e (DTG); microscopia eletrônica de varredura e microanálise de raios.

As análises laboratoriais são valiosas para a investigação de materiais e quando se sabe o que procurar. No entanto, a questão de grande relevância é saber: **Qual a técnica a utilizar?** Assim, na busca das melhores técnicas e com apoio em referencial teórico, a proposta é relacionar as técnicas mais utilizadas.

Para a determinação das características físico-química e mecânicas das argamassas, utilizam-se técnicas para a investigação microestrutural e mineralógica.

As técnicas como difração de raios-X (DRX); análise termogravimétrica (ATG/DTA); microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura com EDS (MEV-EDS); análise química (ataque com ácido clorídrico) e análise granulométrica, conforme referencial teórico, são bastante utilizadas para se obterem informações

referentes à composição das argamassas antigas, e possibilitar uma compatibilização entre os materiais e o substrato.

Segundo Veiga et al (2001), a utilização de técnicas de observação e análise em laboratório e *in situ* auxiliam na identificação do material e orientam para as soluções a serem executadas. Embora a eficiência das técnicas de caracterização atuais, na complexa dinâmica das argamassas diante de tanto tempo de vida útil, permanecem as lacunas dos ciclos de cristalização e recristalização, bem como a contínua reação entre os constituintes e a ambiência. Além disso, também se deve saber sobre técnicas de construção, de mão de obra da época, de cura e das condições climáticas. Esses pontos tornam impossível a reprodução da argamassa original.

Logo, o estudo da história da edificação, as análises *in loco* e laboratoriais possibilitam formular argamassas compatíveis, sempre respeitadas a autenticidade dos materiais e critérios de intervenção mínima.

2.2 Argamassas Antigas – Visão Geral

Investigar as argamassas antigas com valor histórico no Brasil sugere indagações sobre o tempo de vida útil delas, quais as matérias-primas utilizadas, qual o processo de fabricação dessas argamassas, qual a proporção utilizada e quais as técnicas empregadas. Para tanto, necessita-se de breve revisão sobre as argamassas históricas no Brasil, entretanto nem sempre possível responder todos os questionamentos conforme Santiago (2002).

As misturas que dão origem às argamassas históricas, na maioria das vezes, seguem o costume do mestre de fazeres (encarregado das obras) - a utilização de matéria prima local. Isso dificulta a compilação de informações, pois cada caso pode ter o mesmo material, porém com nomenclaturas diferentes e regionais cita Neves (1995 apud GOMES, 2000).

Desde muito cedo civilizações antigas como egípcia, a grega e a romana já utilizavam um material ligante na argamassa de suas construções, objetivando maior

resistência. Os aglutinantes inicialmente usados eram argila, gesso e posteriormente, a cal calcinada. relata Marques (2005) e Kanan (2008).

Os romanos contribuíram muito com a arte de construir. Na busca por maior resistência das argamassas, eles utilizaram misturas de agregados reativos de natureza pozolânica à argamassa de cal. Os componentes utilizados, tais como fragmentos de cerâmicas, tijolos ou pó destes materiais, que possuíam sílica e alumina em sua estrutura, reagem com o calcário a temperaturas elevadas, contribuindo para elevar a resistência e propiciar uma maior durabilidade à argamassa para Marques (2005) e Kanan (2008).

Conforme Kanan, (2008), desde o início da colonização no Brasil foram utilizadas conchas marinhas na obtenção da cal, fato evidente nas argamassas de revestimento e assentamento dos fortes e casarios da cidade de Salvador, Bahia.

Conforme Ribeiro, (2003) nas primeiras construções no Brasil do séc. XVI, o tipo de revestimento estava ligado ao tipo de substrato que o antecedia, visto que o uso dependia da técnica construtiva que era empregada. São exemplos a taipa de pilão usada em São Paulo, a taipa de mão (pau a pique), o adobe, em Minas Gerais, alvenaria de cal e pedra pelos cariocas. Conhecer técnicas construtivas e materiais envolvidos nas construções antigas é de fundamental importância para qualquer intervenção. A primeira forma de obtenção da cal foi importada de Portugal, depois obtida de conchas ou mariscos calcinados, até a cal comum e, quando esta faltava, usava-se a tabatinga¹.

Embora existam dificuldades em determinar os constituintes de sua microestrutura, pois envelhecem e recristalizam a calcita durante todo seu tempo de vida, as argamassas antigas registram um pouco de cada região onde são feitas, podendo ser de uma região marítima com o uso de conchas ou do interior do Brasil com o uso de aditivos orgânicos como óleos, fibras de animais e vegetais, segundo Gomes (2000) e Kanan (2008)

Vasconcellos (1979, p.62) relata um trecho descrito pelo Padre Florian Bancke, em visita a um presídio de Sabará, Minas Gerais:

¹ Tabatinga, argila de barro branco ou esbranquiçado, encontrado junto aos córregos (STELLO 2005, CUSTÓDIO, 2000). Segundo o Dicionário Houaiss é uma argamassa feita de argila, geralmente esbranquiçada para cair e revestir construções populares.

...Hacen diferentes revoques en las paredes: el primero es de tierra, arena y estiercol caballar secco molido que se mezcla con agua arcilloza; este revoque no se raja jamas y mucho menos aún. El segundo que se hace de puro estiercol vacuno fresco sin una mezcla de otro material. El tercero se mezcla con arena caliza de puras conchas quemadas, y polvo de ladrillo.²

Segundo Sawitzki (2006), sua pesquisa constatou a presença de cactos como aditivo nas argamassas antigas em alguns prédios históricos do município de Piratini/RS, conforme relatos orais e após simulação em laboratório.

Da mesma forma que é complexo caracterizar tecnicamente uma argamassa antiga por motivos de envelhecimento natural, compostos orgânicos, desgastes por intempéries, características intrínsecas do material, ação do homem e influência de agentes deteriorantes, é fundamental ter objetivos claros para saber quais as características deste material interessa para ser reconstituído em uma intervenção.

2.3 Contexto Histórico De São Miguel Arcanjo/RS

No que se refere a historia dos Jesuítas e suas missões ela é ampla e rica, porém, neste trabalho, restringe-se apenas a posicionar o monumento estudado em um contexto histórico breve, contudo claro.

A Redução de São Miguel Arcanjo faz parte de um dos trinta povos formados pela companhia de Jesus, os Jesuítas, que iniciaram seus trabalhos na região em 1609, com a primeira redução em Assunção, no Paraguai - a redução de **Santo Inácio Guazú**. Dentre os Sete Povos (São Borja, São Nicolau, São Luís, São Lourenço, São Miguel, São João e Santo Ângelo), todos se localizavam na região missioneira a noroeste do atual Estado do Rio Grande do Sul. Estas terras pertenciam a Coroa Espanhola, que possuía interesse em ocupar a América do Sul, utilizando-se da Companhia de Jesus para difundir a fé, organizar e estruturar os índios guaranis em reduções.

Segundo Porto (1954), a Redução foi fundada em 1632, na margem direita do Rio Ibicuí. Por tentativas de ataques dos bandeirantes em 1637, atravessaram o rio Uruguai para o lado oriental, perto da Redução de Concepción e em **1687**, com a

² THEDIM BARRETO, PAULO. Pag Casa de Câmara e Cadeia. **Revista do Serviço do Patrimônio Histórico Artístico Nacional**. Rio de Janeiro n 11, 1947.

necessidade de criar linhas de defesa e melhor explorar as vacarias, voltam ao lado ocidental do rio Uruguai e fixam-se em seu atual sitio.

Abaixo Figura 1 mostra a região atual do Município de São Miguel das Missões e ao lado Figura 2 mapa com a localização das reduções ainda remanescentes.



Figura 1. Município de São Miguel das Missões, demarcado no mapa de regiões do RS. Fonte: http://pt.wikipedia.org/wiki/S%C3%A3o_Miguel_das_Miss%C3%B5es.

Figura 2. Mapa atual com a localização dos remanescentes dos trinta povos missioneiros. (IPHAN, 1990). Fonte: Stello (2005), pag 15.

Conforme Busaniche (1955, apud LEAL, 1984), a evolução da arquitetura nas reduções jesuítica possui três fases: a inicial - de expansão com construções mais provisórias. A segunda - com estrutura de madeira, de 1635 a 1767 - com a expulsão dos padres jesuítas. Dentro desta fase é evidente a terceira etapa mais para o final do período, quando ocorre a construção de templos e obras com características semelhantes às existentes na Europa. Destaca-se Trinidad no Paraguai e São Miguel Arcanjo no Brasil.

Como prédio mais importante de uma redução, a Igreja de São Miguel Arcanjo começou sua construção em 1735 e foi concluída entre 1744 a 1747, conforme autores como Gutierrez (1987) e Leal (1984), entre outros. O projeto e a execução foram conferidos ao arquiteto nascido em Milão, Gian Battista Primoli.

A antiga igreja de São Miguel Arcanjo, hoje conhecida como ruína de São Miguel das Missões, segundo relatos e memoriais de Levinton (2008), a obra

demorou 10 anos para se realizar, já que a falta de cal em maior quantidade contribuiu em certa parte para tal fato.

Segundo Gutierrez (1987), as semelhanças entre o sistema construtivo e o movimento cenográfico barroco utilizado na Redução de Trinidad (1706) no Paraguai, com a de São Miguel Arcanjo (1735) conferem a elas o conceito de *obra máxima da arquitetura dos Jesuítas* naquele período, com a utilização do mesmo arquiteto como autor. O que facilitou a monumentalidade e beleza desta obra da Igreja de Trinidad foi, em meados do século XVIII, a descoberta da cal. E conforme Leal (1984), na região da redução de São Miguel ainda não se havia encontrado jazida de calcário, por isso erguiam-se as paredes de alvenaria de pedra com barro.

Posteriormente ao ano de 1756, com a descoberta de algumas caleras na região, começou-se a usar cal em algumas construções de modo muito escasso, pois era difícil sua extração, conforme Stello (2005).

.... a cal se usa para branquear as Igrejas e habitações, com caracóis grandes calcinados, que os tem nos campos em abundancia e dele se faz ótima cal, mas esta somente alcança pra branquear e não mais...Busaniche (1955 apud STELLO, 2005)

Abaixo, as Figuras 3 e 4 mostram fragmentos de reboco original da construção, parte interna da sacristia. Segundo indicação dos técnicos responsáveis, os rebocos contêm fragmentos de caracóis.



Figura 3: Fragmento de reboco utilizando tabatinga e fragmento de caracóis.
Fonte: Stello, 2005 pag. 40.



Figura 4: Fragmento de Reboco utilizando material a ser identificado, amostra SMA2D.
Fonte: Arquivo pessoal

Para Leal (1984) a decadência do sistema reducional proposto começa com o Tratado de Madri (1750), com troca de território entre a Coroa Portuguesa e Espanhola (Colônia dos Sacramentos e Sete Povos). A troca de poderes, não foi pacífica para os índios Guaranis que, em 1756, abandonaram a redução e atearam fogo em suas residências e colégio, culminando a decadência em 1789, com o incêndio da igreja, provocado por um raio.

Em 1756 Gutierrez (1982) relata que foram descobertas minas de cal na região, fato esse que facilita a primeira intervenção entre 1762 e 1768, depois do incêndio da igreja advindo guerra guaranítica, em 1756.

Após o sinistro que destruiu a sacristia, ocorreu a primeira intervenção entre 1762 e 1768, na cúpula da igreja cuja estrutura era de madeira e que foi reconstruída com tijolos e argamassa de cal, relata Stello (2005).

Cabe ainda ressaltar que em 1794 Bartolomé Coronil, administrador do Povo de São Miguel, requisitou a Buenos Aires ferramentas e material como 5 mil *fanegas* de cal (180.300 Kg) para recuperação da Igreja, demonstrando assim, que a obra a ser recuperada era de grande proporção, descreve Leal (1984). Em 1801, os portugueses agregam o território dos Sete Povos definitivamente.

2.4 Argamassas De Revestimento

2.4.1 Caracterização

Conforme Carasek (2007) e NBR 13529 (1995) argamassa é a mistura de um ou mais aglomerantes, com agregado miúdo e água, podendo conter aditivos e adições minerais, cujas propriedades específicas são de aderência e endurecimento, definição muito utilizada nos dias atuais.

Porém, se citando Oliveira (2006), a argamassa é obtida através da mistura de um aglomerante e de um inerte. Conforme suas pesquisas sobre estudiosos da antiguidade, os relatos, em alguns casos, não enunciavam a presença de água na mistura e, em outras, não havia a certeza de que o agregado era mesmo a areia.

Conforme Oliveira (2006), de uma forma simplificada, em casos de argamassas antigas, pode-se definir a mistura como sendo composta de um aglomerante e um elemento inerte.

O conceito básico dessa mistura de materiais denominada argamassa que se utiliza desde a antiguidade como forma eficiente de unir, proteger ou compor partes na construção civil é relevante para se estudar as argamassas históricas.

Para Fiorito (1994), é necessário saber a destinação a ser dada à argamassa, pois somente conhecendo-a é possível determinar o tipo de aglomerante ou a mistura destes.

A argamassa de revestimento, material de estudo deste trabalho, é a mistura definida anteriormente com objetivo de revestir e proteger paredes, muros e tetos, recebendo ou não acabamento em sua superfície externa.

Ainda Carasek (2007) e NBR 13529 (1995) firmam que as argamassas possuem uma classificação que analisa alguns critérios como: a natureza, o tipo e o número do aglomerante, a consistência, a plasticidade e a densidade da argamassa e também a sua forma de preparo. O revestimento argamassado pode ser formado por camadas como chapisco, emboço, reboco, camada única e monocamada.

Abaixo, na Figura 5, as diferentes combinações em que a argamassa de revestimento pode ser encontrada na superfície aderida ao substrato.

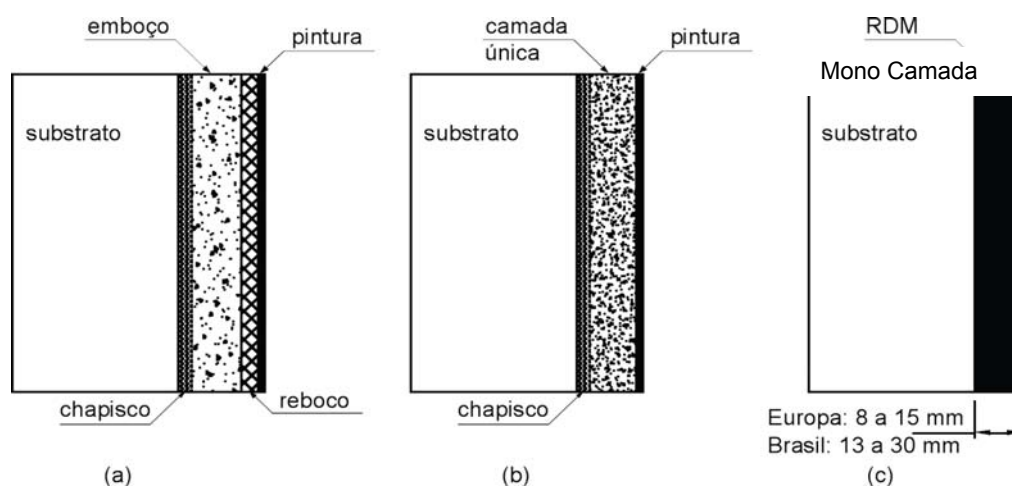


Figura 5. Camadas de argamassa de revestimento.
 Fonte: Carasek, (2007).

Para a compreensão de uma argamassa antiga, é necessário saber quais as camadas que compõem o revestimento que está aderido ao substrato.

Neste trabalho apenas se discorrerá sobre a *função, propriedades* e seus *constituintes* das argamassas de revestimento, como itens essenciais para o desenvolvimento deste estudo. As argamassas das ruínas de São Miguel Arcanjo, RS, onde as amostras originais foram retiradas, referem-se apenas a argamassas de revestimento.

2.4.2 Função

Das funções básicas e principais de uma argamassa, pode-se citar a propriedade de unir (assentamento) e a de revestir e proteger (revestimento) alvenaria e estrutura de partes em uma edificação. A função da argamassa de revestimento além da proteção, Carasek (2007) ainda cita o isolamento térmico, acústico, estanqueidade de água, segurança ao fogo e resistência ao desgaste superficial.

2.4.3 Propriedades

As propriedades da argamassa de revestimento, podem ser mais bem consideradas quando se conhece o seu substrato, ou seja, o meio o qual ela está interagindo com contato direto, cita Carasek (2007).

Para Cincotto (1989), e Carasek (2007) o bom desempenho das propriedades das argamassas de revestimento para que não aconteça ocorrência de patologias e permaneça a edificação estável, são:

- Trabalhabilidade, (consistência, plasticidade e adesão inicial);
- Baixa retração;
- Aderência;
- Baixa permeabilidade à água;
- Resistência mecânica;
- Capacidade de absorver deformações.

As propriedades como trabalhabilidade e retenção de água são constatadas no estado fresco e as demais no estado endurecido da argamassa, para Dubaj, (2000).

Segundo Carasek (1991 apud Dubaj, 2000) as patologias das argamassas tem como forte causa a perda de aderência ao substrato, por problemas nas propriedades da interface argamassa-substrato como baixa resistência de aderência à tração, ao cisalhamento e deficiência na extensão de aderência.

A forma de preparo das argamassas é uma propriedade importante, porém, por se tratar de argamassas antigas, todavia muito dos saberes fazer foram perdidos com o tempo, tornando-se difícil de ser reproduzido igualmente. (OLIVEIRA, 2006)

2.4.4 Constituintes

As pesquisas na área das argamassas novas ou de reparos buscam cada vez mais a melhoria das propriedades acima citadas no critério de desempenho, qualidade e durabilidade. As propriedades das argamassas dependem diretamente dos constituintes e das proporções com que é feita a mistura entre o aglomerante e o agregado. Basicamente estes, na sua maioria, são obtidos de uma região próxima da construção, pois isso facilita sua extração e locomoção expõe Marques (2005).

Mattos (2001) confere que a escolha, proporção, mistura e execução dos constituintes envolvidos tem um papel fundamental nas propriedades da argamassa, relacionado diretamente ao seu desempenho. A relação do meio ambiente (umidade, calor, seca) com o substrato que vai ser adicionado à argamassa deve ser analisada em conjunto, para ter propriedades de desempenho eficiente.

Abaixo, no Quadro 1, seguindo Cedrola et al. (2009), são apresentadas não só as características no preparo, mas também e as propriedades após endurecimento, que devem ser observadas e analisadas dos materiais constituintes para investigação de argamassas antigas.

Características	Propriedades
Tipo do agregado	Dureza
Forma do agregado	Resistência
Cor do agregado	Porosidade
Distribuição granulométrica	Textura
Natureza do aglomerante	Aparência

Quadro 1. Relação característica e propriedade conferida a argamassa.

Conforme Gomes (2000), é muito antigo o uso pelo homem de materiais para a construção civil como os aglomerantes, as argila, o gesso e a cal, contudo é impreciso datar corretamente o período que se iniciou o uso. É sabido que estes

foram os precursores, e eram utilizados como forma de unir e solidificar os agregados, formando uma argamassa.

O aglomerante e o inerte (agregado), juntos, devem ser capazes de conferir a argamassa resistência mecânica e aderência, como principais propriedades representativas, cita Dubaj (2001).

No Brasil, temos como principais aglomerantes o cimento Portland e a cal. Este trabalho restringir-se-á a apresentar apenas a cal, principal aglomerante usado nas construções com argamassas históricas.

A natureza do aglomerante pode ser de origem *aérea*, onde o CO₂ do ar é o agente desencadeador do endurecimento ou origem *hidráulica* em que a água confere rapidamente o aceleração da propriedade de endurecimento. A origem do aglomerante é responsável pela coesão do agregado.

Dependendo da composição do aglomerante, as propriedades características da argamassa variam diretamente.

2.4.4.1 Cal

Conforme Guimarães (2002), em 1549 Thomé de Souza, primeiro Governador do Brasil, chegou pela costa de Salvador da Bahia onde criou a primeira mineração no Brasil utilizando material conchífero, fabricando a cal virgem para uso nas argamassas e na caiação das construções.

De formação sedimentar e metamórfica, as rochas carbonáticas (mineral), na sua maioria, têm origem biológica formada pela deposição de conchas e outros organismos, contudo há uma parcela de processos deposicionais por reações inorgânicas gerados de atividades vulcânicas na formação das rochas, tipo travertino e marga.

Alguns produtos formados junto com as rochas carbonáticas, tais como os argilo minerais (caulinita, illita, clorita, etc) e produtos de reações metamórficas (muscovita, biotita, diopsídio, etc) constituem impurezas originadas da matéria-prima, os quais a cal leva consigo, Guimarães (2002).

Guimarães (2002), NBR 6453 (2003), e Kanan (2008) compartilham que em um aglomerante inorgânico, a matéria-prima para a produção da cal é encontrado

em reservas de rochas calcárias, ostras, mariscos, conchas marinhas, corais. A calcita, ou seja, o carbonato de cálcio (CaCO_3) é o mineral mais importante das rochas de origem carbonáticas, sendo a matéria-prima obtida pelo processo de calcinação com temperaturas entre 850°C e 1200°C , originando a cal virgem ou óxido de cálcio (CaO).

A cal aérea é a matéria prima, carbonato de cálcio que se decompõe em função de alta temperatura e origina o óxido de cálcio. Este reage com o anidrido carbônico do ar e, dessa forma, endurece lentamente. Calcários puros originam cales aéreas gordas, ou seja, com alto teor de pureza, o contrário seria cales magras, expõe Rodrigues (2004).

A cal hidráulica que se origina da calcinação da matéria prima de calcários impuros com sílica e alumina, (argila) dá origem à cal hidráulica natural, cuja propriedade é hidratar-se com água, compartilha do conceito Guimarães (2002) e Kanan (2008).

As Cales em função do teor de óxidos podem ser classificadas segundo sua composição química segundo Guimarães, (2002):

- Cal *Calcita* (CaCO_3): produto com alto teor de óxido de cálcio. – Sistema cristalino hexagonal, clivagem geralmente romboédrica. O teor de óxido de cálcio superior a 90%;

- Cal *Dolomítica*: possui em sua composição a relação entre óxido de cálcio e de magnésio (58 a 65% de CaO) *Dolomita* – $\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3$ (carbonato de cálcio e carbonato de magnésio) e apresenta sistema cristalino hexagonal, cristais romboédricos com faces curvas, dureza Mohs, 4, densidade 2,7, coloração geralmente branca ou rosa e temperatura de calcinação entre 500° e 700°C .

- Cal *Magnésiana*: possui teores de óxido de magnésio e cálcio intermediários entre a cal calcita e cal dolomítica (65 a 90% de CaO). *Magnesita* ou carbonato de magnésio – MgCO_3 – apresenta sistema hexagonal, geralmente em massas granulosas ou terrosas, dureza de Mohs 3,5 a 4, densidade 2,96 a 3,1, cores: branco-cinza, amarelo, vítreo, incolor; composição química teórica: 47,62% MgO + 52,39% CO_2 .

A forma que se encontra cal no mercado consumidor é a cal virgem e cal hidratada, segundo Guimarães, (2002):

- Cal Virgem

Depois de calcinar a rocha carbonática é originada a cal virgem, onde esta é constituída na sua maioria de óxidos de cálcio e magnésio.

- Cal Hidratada

Pó seco, cal virgem ou oxido de cálcio (CaO) que quando misturada a água ocorre a formação do hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2), hidratação dos óxidos.

Abaixo na figura 6, se demonstra o ciclo da produção e do endurecimento da cal, através da obtenção da matéria prima, após calcinação e hidratação desta até a produção da pasta para uso nas argamassas, tradicionais ou não.

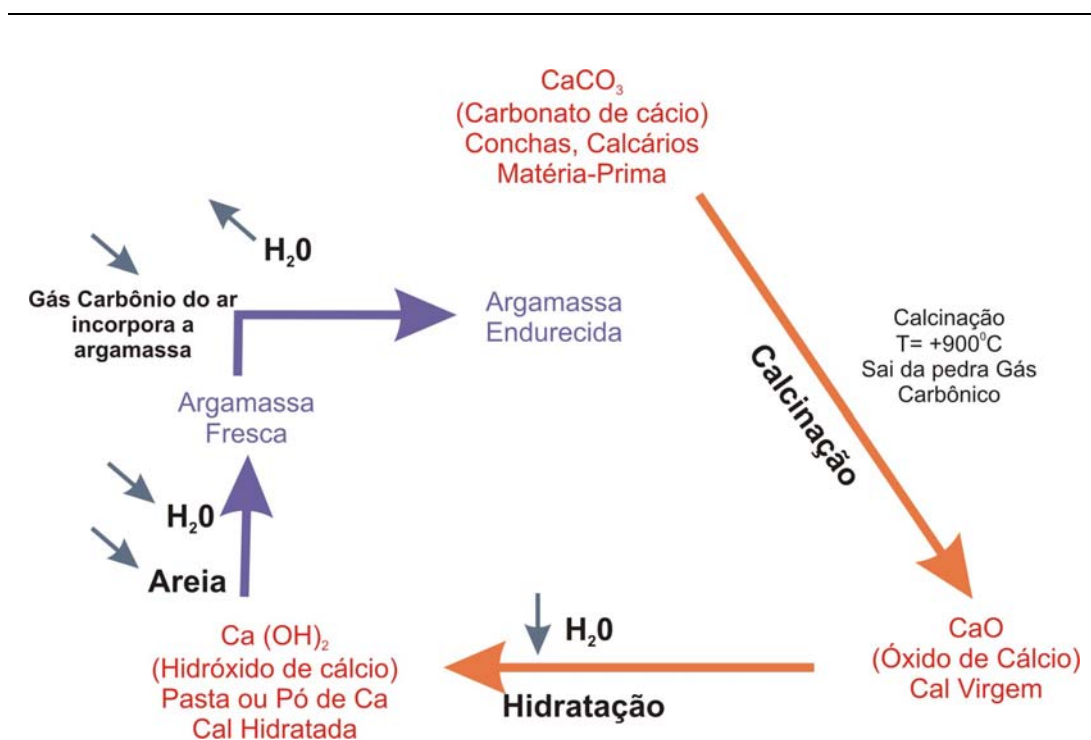


Figura 6. Ciclo de fabricação e endurecimento da Cal (Fonte: Karam, 2008) Adaptado

A experiência do operador e principalmente a qualidade do forno são fatores relevantes para uma eficiente calcinação das rochas calcárias. A procedência da matéria-prima pode ser indicador de qualidade. Dependendo o uso da cal, as

impurezas encontradas, como sílica, alumina, ferro, magnésio, enxofre, fósforo, potássio, óxido de sódio podem ser importantes ou não.

Abaixo, a figura 7, registra imagens obtidas no site oficial de serviços geológicos do Brasil (CPRM), demonstra onde é possível visualizar a localização da ocorrência de minerais no estado, como o calcário e, respectivamente, as regiões que possuem jazidas de calcário no Rio Grande do Sul (RS). É possível verificar nas imagens que a região de localização do monumento estudado (com círculo em vermelho) não abrange a área de ocorrência das jazidas demarcadas no estado.

No anexo IV, é possível verificar o mapa das regiões onde é encontrado calcário dolomítico no estado do Rio Grande do Sul, cuja imagem foi obtida no site oficial de serviços geológicos do Brasil (CPRM).

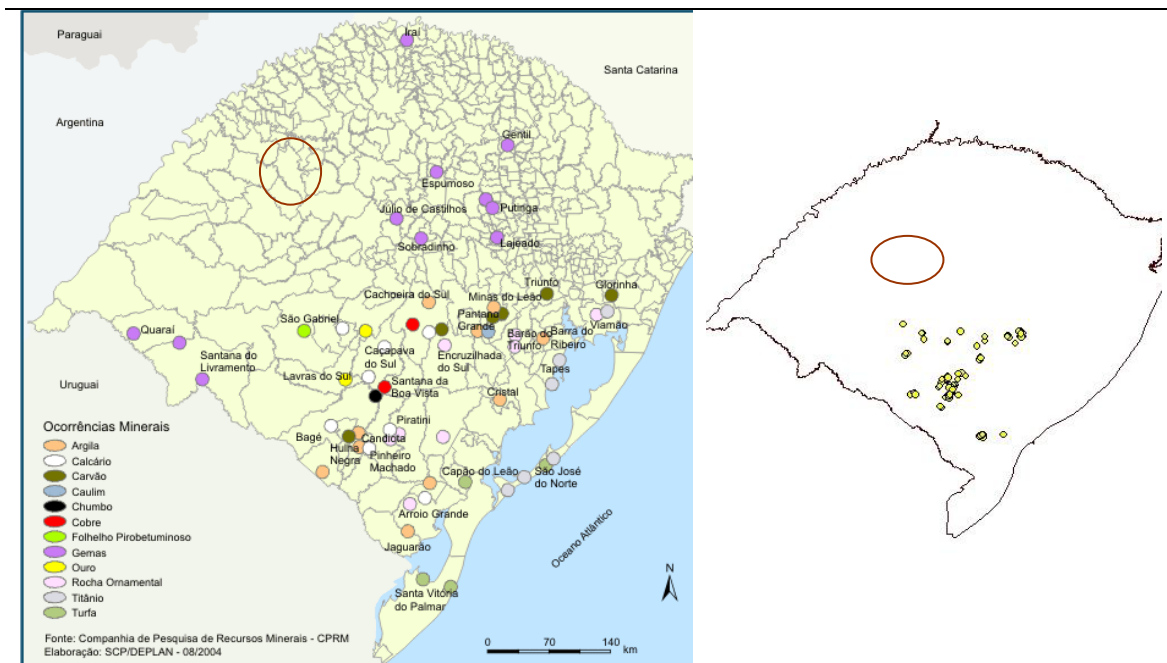


Figura 7. Ocorrência de minerais no RS e respectivamente a imagem da região com jazidas de calcário no estado do RS. Fonte site: <http://www.cprm.gov.br/>, (Serviço Geológico do Brasil, ou Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais)

Abaixo a Figura 8, que identifica as fases cristalinas, compostos encontrados no processo de calcinação, Guimarães (2002).

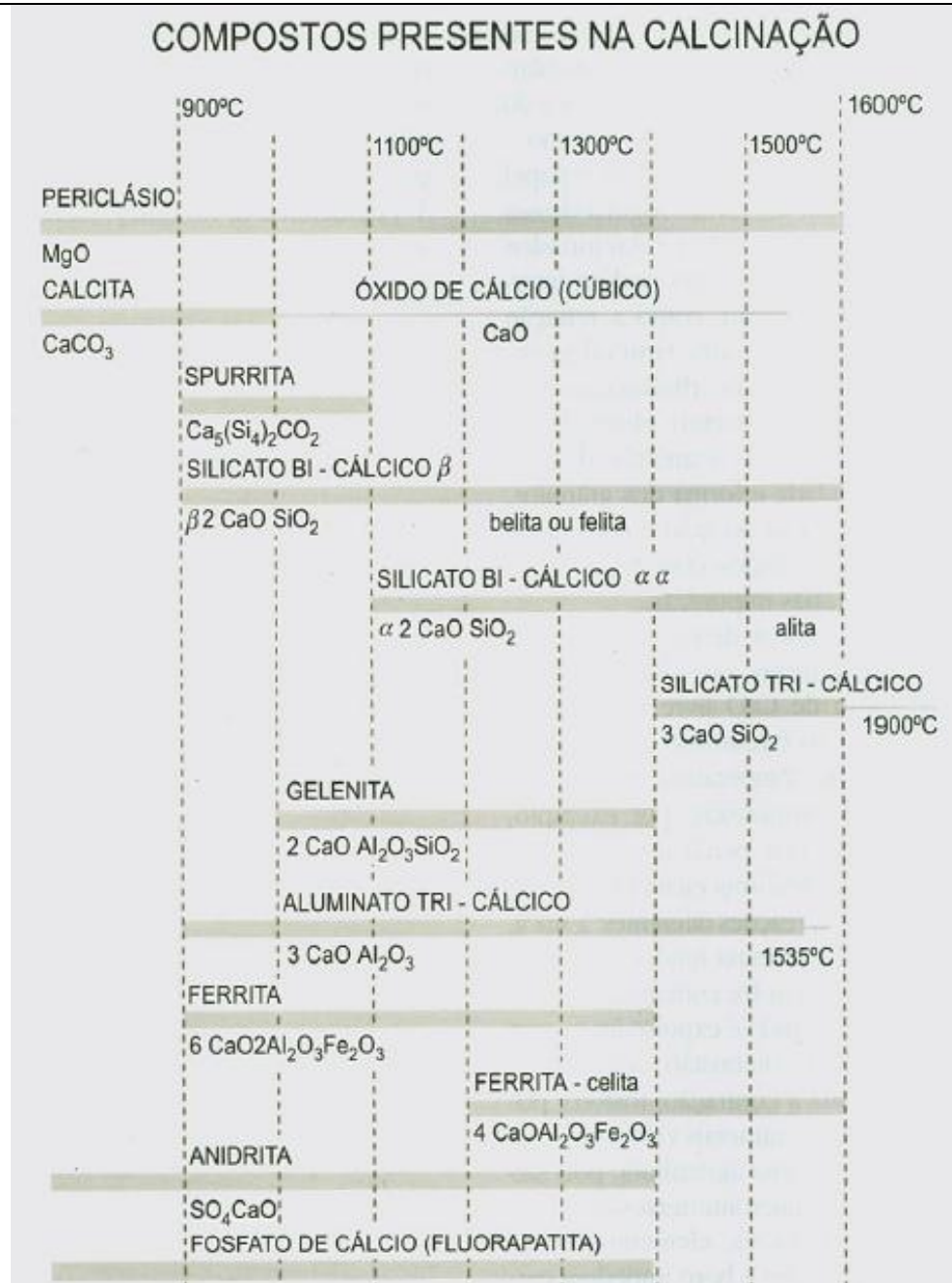


Figura 8. Compostos Presentes na Calcinação (Fonte: GUIMARÃES, J. E. P. 2002 pag. 84.)

2.4.4.2. Agregado

O agregado mais utilizado na composição das argamassas é a areia quartzosa, com origem de rio, cavas, britagem, resíduo, areia de praia ou dunas, erosão de rochas e sedimentação mineral, e, por conseguinte, com reações resultantes dos compostos variáveis.

Segundo Kanan (2008), e Dubaj (2000), propriedades como: textura, cor, porosidade, resistência mecânica, são influenciados diretamente pela escolha do agregado, o qual deve se ter conhecimento sobre as características como: composição química e mineralógica (tipo de agregado), característica geométrica dos grãos (tamanho, cor, forma) e composição granulométrica (distribuição de grãos).

A composição granulométrica e o tipo do agregado possuem grande influência na trabalhabilidade e na retenção de água, pois estas são propriedades que asseguram a aderência da argamassa ao substrato e que, conjuntamente, interferindo nas propriedades mecânicas (resistência e deformação) da argamassa, conforme mostra o Quadro 2.

Propriedades	Características da areia		
	Quanto menor o módulo de finura	Quanto mais descontínua for a granulometria	Quanto maior o teor de grãos angulosos
Trabalhabilidade	Melhor	Pior	Pior
Retenção de água	Melhor	Pior	Melhor
Resiliência	Variável	Pior	Pior
Retração na secagem	Aumenta	Aumenta	Variável
Porosidade	Aumenta	Aumenta	Variável
Aderência	Variável	Pior	Melhor
Resistências mecânicas	Variável	Pior	Variável
Impermeabilidade	Pior	Pior	Variável

Quadro2. Influência das características da areia nas propriedades da argamassa
Fonte: Sabbatini (1986, apud POSSER, 2004)

Conforme Guimarães (2002), as propriedades mecânicas das areias que interferem no comportamento das argamassas são o inchamento, higroscopia, coesão aparente e friabilidade (finura, capacidade de reduzir-se a pó).

Os agregados podem ter compostos de natureza pozolânica como a presença de sílica amorfa (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) natural (terra, argila) ou artificial (pó de tijolo ou telha). Algumas impurezas encontradas aos agregados como argila, matéria orgânica, sais solúveis, sulfeto de ferro, biotita (mica) e outros devem ser retirados pois é possível ocorrer algum tipo de manifestação patológica segundo Carasek (2007).

Os agregados miúdos, segundo NBR NM 248 (2003): *Agregados - determinação da composição granulométrica*, se caracterizam por passar na malha com abertura 4,74mm e ficar retidos na malha de 0,074mm. Os tamanhos dos grãos e o formato do agregado miúdo influenciam na mistura da argamassa. Os agregados das amostras são analisados segundo as observações conforme NBR 7389-1 (2009) no que refere a forma das partículas que é relacionada pelo grau de arredondamento (anguloso, subanguloso, subarredondado e arredondado), pelas dimensões dos grãos (alongadas, achatadas e equidimensionais) cujas arestas podem ser arredondadas ou angulosas.

O tipo de areia é classificado pelo módulo de finura (MF), ou seja, areia fina ($\text{MF} < 2,0$), média ($3,0 \geq \text{MF} \geq 2,0$) e grossa. ($\text{MF} > 3,0$), Selmo (1986³ apud DUBAJ 2000).

Para Tristão (1995 apud MATTOS, 2001), para argamassas com areia muito uniforme ocorre um aumento no consumo do aglomerante e de água de amassamento, interferindo na resistência a compressão e a tração de uma maneira não eficiente. A relação dos agregados entre volume de vazios e coeficiente de uniformidade mostra que a areia bem graduada apresentam menor volume de vazios influenciando diretamente na retração da argamassa.

Posser (2004) e outros autores, descrevem a composição granulométrica do agregado miúdo como contínua, descontínua e uniforme. Esta distribuição de tamanho de grão da areia tem influencia direta no traço como também nas propriedades da argamassa.

A representação da distribuição granulométrica dos grãos entre contínua, descontínua e uniforme, é apresentada na figura 9.

³ SELMO, S. M. S. Agregado miúdo para argamassa de revestimento. In: I Simpósio Nacional de Agregados. EDUSP. São Paulo, 1986, Anais.

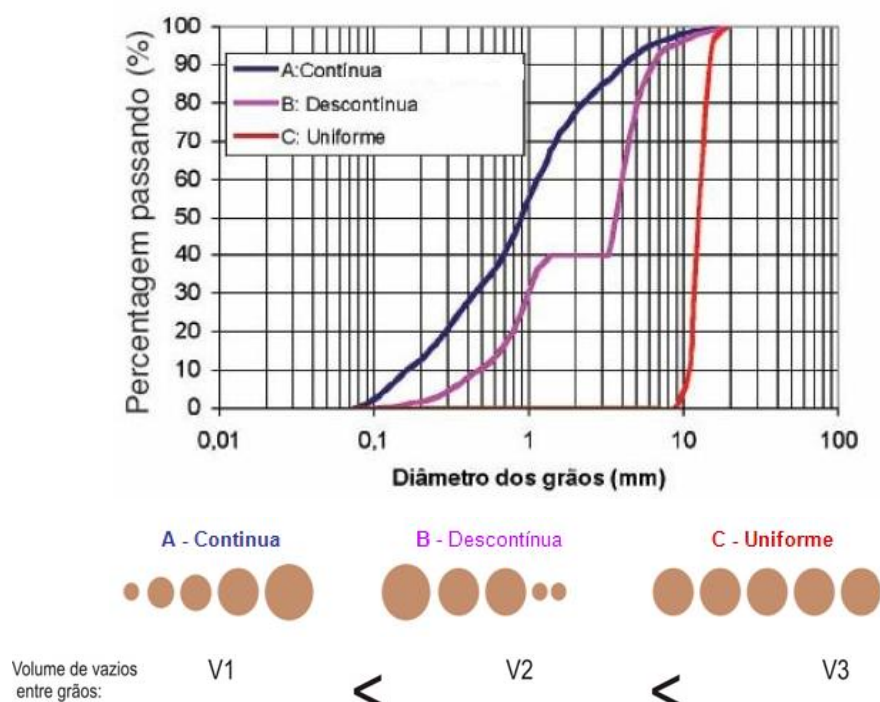


Figura 9. Classificação granulométrica dos agregados (adaptado de Carasek, 2007 e Farias e Palmeira, 2007)

Para uma argamassa de recuperação, Posser (2004) indica a granulometria uniforme. A uniformidade é uma característica que propicia a formação de vazios logo aumenta a porosidade do material. Com isso, a um acréscimo também na permeabilidade, cuja propriedade para argamassa de recuperação não deve ultrapassar 5mm de altura de água.

Segundo Mattos (2001) e outros, a utilização de argamassa com granulometria contínua apresenta menor volume de vazios e, com isso, menor retração da mistura.

Da mesma forma, Carasek (1996 apud POSSER, 2004) afirma que a resistência de aderência diminui com o aumento de agregado miúdo na argamassa, mas confere ao revestimento longevidade com diminuição da retração.

2.4.4.3. Aditivos

O termo *aditivo*, segundo definição da NBR 13529/1995, para revestimentos de paredes e tetos de argamassa inorgânica indica: *Materiais inorgânicos naturais ou industriais finamente divididos, adicionados às argamassas para modificar as suas propriedades e cuja quantidade é levada em consideração no proporcionamento.*

Muito usados nas argamassas antigas de cal, na maioria de origem natural conforme Kanan, (2008), refere-se aos aditivos orgânicos que possuíam origem mais variada possível e de acordo com cada região e técnica dos mestres da época. Propriedades das argamassas antigas como a resistência mecânica e a trabalhabilidade melhoravam através de alguns compostos orgânicos abaixo citados. O Quadro 3 apresenta os aditivos naturais utilizados em argamassas antigas.

Aditivos Orgânicos	Onde encontrar
Polissacarídeos	Mucilagem vegetal
Proteínas	Caseína do leite, clara de ovo
Óleos animais	Peixes
Vegetais	Linhaça
Gorduras	Sebo
Fibras vegetais	Palhas
Fibras de animais	Crina, estrume

Quadro 3. Aditivos Naturais utilizados nas argamassas antigas. Fonte: Kanan,(2008)

Alguns aditivos de natureza pozolânica como a sílica amorfa (SiO_2), e a alumina (Al_2O_3) foram muito usados nas argamassas antigas, por terem propriedades aglomerantes e porque apresentam reação na presença de água e/ou da cal. Quanto maior é a finura do material pozolânico mais aglutinante ele se torna na mistura. O uso de pozolanas artificiais como pó de tijolo, telhas cerâmicas trituradas ou em pó, cinza volante e argilas calcinadas ocorreu deste o tempo de Roma Antiga, assim como os solos originários de pozolanas naturais relata Kanan (2008) e Rodrigues (2004).

A pozolana natural, proveniente de rochas magmáticas ricas em sílica, através de um processo de britagem, moagem e peneiração, é um material inerte que, ao se combinar com a cal, ocorre o processo de endurecimento. Em

contrapartida as pozolanas artificiais, como as argilas e rochas metamórficas laminares, necessitam ser aquecidas a temperaturas entre 500 e 900 °C para passar a ter as propriedades pozolânicas, estas podem ser chamadas de pozolanas naturais calcinadas que, após a calcinação, são moídas finamente para uso e quando em contato com a cal dão origem ao material aglomerante. Estas em combinação com o hidróxido de cálcio formam um composto com propriedade cimentícia.

Vitrúvio em sua obra “Dez livros da arquitetura” faz recomendações precisas em relação as técnicas de construção sobre os materiais areia cal, pozolana, conforme volume II do livro. Destaca: *“há um pó que efetua coisas admiráveis: encontra-se nas regiões situadas em volta do monte Vesúvio: misturado com cal e com pedras contribui não só para a solidez dos edifícios ordinários mas também consegue endurecer debaixo d’água nos molhes que se constroem no mar”*.

Atualmente os aditivos são produtos de origem química, adicionados não só a mistura da massa, como também são utilizados para modificar as propriedades das argamassas no estado fresco ou endurecido, uma vez que eles são agentes incorporadores de ar, aditivos hidrofugantes, e aditivos retentores de água, Posser (2004).

2.4.4.4 Substrato

Parede ou teto formado por material inorgânico não-metálico sobre o qual é aplicado a camada de revestimento (NBR 13529/1995) são definidos como substrato.

Uma das propriedades mais exigida pela argamassa de revestimento endurecida é a aderência ao substrato.

As construções históricas, na grande maioria, possuem o substrato formado por materiais com espessuras consideráveis e suficientemente porosos, o que torna o desempenho da permeabilidade ao vapor de água e a aderência do revestimento melhorada diz Veiga, (2003). É muito comum os substratos usados antigamente apresentarem espessura superior a 50 cm e de materiais altamente porosos, como

os tijolos de barro ou adobe (barro cru, secado a sombra e depois exposto ao sol), e substrato de pedra, materiais que absorvem rapidamente a água da argamassa.

Mattos (2001) e outros autores relatam a importância em analisar o tipo de substrato, pois este influencia a resistência de aderência das novas argamassas, assunto este que está diretamente ligado ao tipo de agregado miúdo a ser usado.

Kanan (2008) destaca a importância da compatibilidade entre os materiais novos, principalmente entre a nova camada e o substrato. Desconsiderar desse fato de grande relevância pode acelerar o processo de deterioração da edificação.

2.5 Técnicas de Caracterização das Argamassas Históricas

As técnicas de caracterização de materiais estão atualmente consolidadas no meio científico. A ciência dos materiais é utilizada exaustivamente para investigar a relação das propriedades da estrutura dos materiais. A caracterização, identificação e descoberta de novos materiais e dos já existentes propiciam a compreensão de suas aplicações e relações, para Callister (2006).

Estudar a composição das argamassas antigas através das técnicas de caracterização química, mineralógica e microestrutural permite obter informações como: relação agregado e aglomerante; materiais constituintes; tipo e forma dos grãos do agregado; existência ou não de fibras, tipo de fibras, animais, vegetais ou humanas; quantidade de vazios e camadas utilizadas no revestimento; aproximação da época da construção e, principalmente escolha de uma nova argamassa de reparo compatível com a preexistente e com o substrato.

2.5.1 Difração de raios X (DRX)

Para Bleicher e Sasaki, (2000) a fase cristalina das argamassas pode ser estudada através da difração de raios X, que é uma das técnicas de caracterização de materiais que permite determinar a composição mineralógica dos vários constituintes cristalinos. Sabe-se que, em estado sólido, os átomos de certos materiais podem assumir diferentes arranjos geométricos dependentes da natureza de cada átomo presente e do tipo de ligação atômica possível. Estes arranjos, por sua vez, podem formar uma matriz periódica que se repete ao longo de grandes distâncias atômicas, originando um padrão tridimensional recorrente, onde os átomos estão estruturados em planos cristalinos. O número de planos cristalinos possíveis, e as distâncias interplanares (medidas em termos de comprimento de onda) são próprios de cada material, e podem ser obtidos por um equipamento de DRX. (CALLISTER, 2006)

A técnica basicamente estabelece que a relação entre o ângulo de incidência da radiação e a distância interplanar característica de cada fase cristalina ocorre segundo a Lei de Bragg (equação 1)

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta \quad (\text{Equação 1})$$

onde:

λ = comprimento de onda do raios-X incidente

d = distância interplanar

θ = ângulo de incidência

n = número inteiro de comprimento de onda

Cada material possui uma estrutura molecular ou arranjo atômico formando uma rede cristalina que é identificada por suas simetrias relacionadas com os parâmetros de rede e os ângulos existentes em uma célula. Abaixo no quadro 4 se descreve a relação das simetrias com seus respectivos parâmetros.

Sistema	Parâmetros de rede
Cúbico	$a = b = c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Ortorrômbico	$a \neq b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Romboédrico	$a = b = c \quad \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
Hexagonal	$a = b \neq c \quad \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma \neq 120^\circ$
Monoclínico	$a \neq b \neq c \quad \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
Triclínico	$a \neq b \neq c \quad \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$

Quadro 4. Relação entre simetrias e parâmetros de rede. Fonte: Bleicher e Sasaki, (2000).

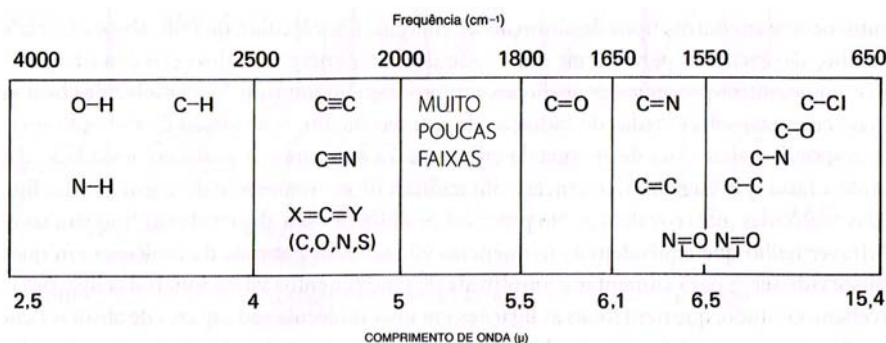
Deste modo é possível distinguir tipos de agregados como a areia, aglomerante como gesso e também as argamassas de cimento, mistas ou de cal.

2.5.2 Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada (ATR-IR)

A espectroscopia no infravermelho baseia-se na observação de que as ligações químicas apresentam frequências específicas de vibração associadas à níveis de energia bem definidos. Tais frequências de vibração ou frequências de ressonância, dependem da forma da molécula, dos seus níveis de energia e da massa dos seus átomos constituintes. A técnica consiste em submeter uma amostra a radiação eletromagnética na faixa de frequências do infravermelho (i.e. faixa relativa a comprimentos de onda entre 2,5 μm e 25 μm). Neste processo, as frequências (energias) absorvidas pelo material equivalem às frequências vibracionais naturais das moléculas presentes na amostra, causada por sobreposição, combinação e absorção de vibrações fundamentais, que identificam os tipos de ligações presentes no material, que estão relacionadas com o tipo de composto da amostra, relata Pavia, (2010).

A faixa de energia correspondente ao infravermelho engloba frequências vibracionais de estiramento e dobramento das ligações químicas na maioria das moléculas mais covalentes. Estas vibrações são também classificadas respectivamente como de deformação axial ou de deformação angular, ou seja, estão relacionadas à distância entre os núcleos, ou a mudança de ângulo entre o plano formado entre os núcleos e um plano de referência. Assim, para cada tipo de configuração molecular, haverá valores distintos de energia convertida em aumento de amplitude vibracional associada ao comprimento de onda da radiação incidente que corresponderá, por sua vez, na assinatura característica da molécula presente na amostra, conforme Silverstein, (2000).

O Quadro 5 ilustra esquematicamente algumas ligações químicas mais comuns distribuídas no infravermelho vibracional, relativo apenas a vibrações de estiramento. As vibrações de dobramento entre outras foram omitidas por motivo de clareza.



Quadro 5. Regiões aproximadas relativo a absorção de tipos comuns de ligações químicas (apenas vibrações de estiramento). Fonte: Pavia, (2010).

2.5.3 Análise Térmicas (TG/DTA)

Basicamente, a análise termogravimétrica fornece informações sobre o conteúdo dos componentes voláteis presentes na amostra, frente ao comportamento de decomposição do material à variação de temperatura, onde é medida simultaneamente sua massa em atmosfera controlada. Esta técnica auxilia na determinação de constituintes orgânicos e inorgânicos de forma qualitativa e quantitativa, a determinação de umidade e a estabilidade térmica de uma amostra. Ou seja, ela pode ser usada para monitorar qualquer reação que envolva a presença de uma fase gasosa, bem como a oxidação ou desidratação do material. Tipicamente as curvas de TG, ou termogramas (e suas derivadas DTG), relacionam a perda de massa da amostra versus a temperatura ou o tempo durante o ensaio, gerando informações sobre as velocidades de reação, além da composição e estabilidade térmica da amostra.

Moropoulou et al, (1999), utilizou esta técnica relacionando a perda de massa de CO₂ e a da água para auxiliar a identificação de alguns compostos como o aglomerante e o agregado não identificados pelas técnicas de DRX, e FTIR. Segundo Marques et al, (2005), a TG é utilizada essencialmente para a determinação do teor dos carbonatos presentes e o tipo de ligante nas amostras.

2.5.4 Microscopia Óptica (MO)

Callister, (2006) descreve a microscopia óptica como uma ferramenta importante na caracterização mineralógica e petrográfica dos constituintes da argamassa e também na observação das suas fases minerais. É uma técnica bastante vantajosa, na medida em que permite obter informação relevante, de forma rápida e pouco dispendiosa. As informações obtidas podem ser por meio de iluminação de luz refletida e luz transmitida. Câmeras acopladas permitem registrar fotograficamente as imagens. Com essa técnica podem-se analisar sólidos e alguns líquidos. A forma de preparar as amostras é por impregnação e polimento, e a superfície da amostra deve estar lixada e polida.

Esta técnica é utilizada através do material na forma de secção polida ou lâmina delgada, onde a primeira forma é mais frequente, pois sua preparação é um pouco mais simples, sendo o corte milimétrico a dificuldade maior para poder fazer a lâmina delgada. A partir dela, conforme Genovez (2012), é possível através da análise estratigráfica em amostras de secção polida, identificar a ordem dos aparecimentos das camadas, não apenas no âmbito das pinturas, mas nas camadas do conjunto revestimento em si.

2.5.5 Microscopia eletrônica de varredura com EDS (MEV-EDS)

A Microscopia eletrônica de varredura (MEV) possibilita a obtenção de informações da composição microestrutural (morfologia e textura) das amostras em forma de imagem eletrônica e, com o auxílio de uma sonda EDS acoplada ao microscópio, é possível também realizar a análise química das amostras por espectroscopia por dispersão de energia (EDS). A análise por EDS é uma das ferramentas importantes do MEV para a caracterização de materiais, pois permite identificar a composição química elementar de uma amostra, mesmo que qualitativamente, em pontos específicos da imagem relata Cruz et al., (2006).

O princípio básico de funcionamento do MEV, consiste na emissão de um feixe de elétrons de pequeno diâmetro, por um filamento de tungstênio, e acelerado

por uma diferença de potencial de 1 a 50 kV em direção a superfície da amostra. Este feixe focalizado varre a superfície da amostra segundo uma malha retangular, e como resultado da interação destes elétrons incidentes com a superfície da amostra, resulta na emissão de fótons (raios x) e elétrons pela amostra que podem ser coletados por detectores específicos.

Para Dal Molin, (2007) dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados. As imagens geradas por elétrons retroespalhados, são obtidos pelo espalhamento elástico dos elétrons cuja trajetória foi desviada em mais de 90° em relação à direção do feixe incidente. Sua intensidade mostra dependência com o número atômico. As imagens de elétrons retroespalhados são representadas em tons de cinza e, os tons claros, os elementos com número atômico médio relativamente maior do que aquelas com tons mais escuros. As imagens geradas por elétrons secundários possibilita a visualização da topografia da amostra por diferença na profundidade de foco.

Para as análises EDS é utilizado basicamente um detector de raios X, adaptado ao microscópio, que identifica os raios X (fótons) emitidos pelos elementos químicos da amostra devido à interação com o feixe de elétrons incidente.

Quanto às amostras, estas podem ter sua superfície polida ou não, mas sempre devem ser condutoras de eletricidade, utilizando-se de uma metalização a vácuo de revestimento metálico muito fino como ouro ou carbono, confere Callister, (2006).

2.5.6 Análise química

Embora esta análise não ser o objetivo central do presente trabalho, pelas razões adiante citadas, entretanto, com o intuito de formar um conjunto sequencial de estudo das técnicas experimentais de argamassas oriundas de construções históricas, é realizada a seguir a sua descrição para complementar os demais experimentos já nomeados e incluídos nos objetivos da presente pesquisa.

Para Motta (2004), esta técnica no geral tem como objetivo obter as proporções mais próximas do agregado e do aglomerante, pois o procedimento

dissolve a argamassa em solução ácida, relacionando quantitativamente o aglomerante e o agregado. Este método da origem a duas frações distintas, uma solúvel composta por aglomerante e outra insolúvel composta por agregado.

Por outro lado Kanan (2008) relata que a desvantagem desta técnica é que todo carbonato (aglomerante) é dissolvido com o ataque ácido e existem agregados que possuem partes solúveis (principalmente os que possuem concha, ou qualquer outra forma de cálcio), o que pode superestimar a proporção de um deles, como também não identificando os aditivos orgânicos.

Como um dos objetivos específicos é poder propor uma rotina, ou metodologia de análise de forma a facilitar o processo de investigação, são descritos três procedimentos, embora todos com o mesmo princípio de dissolução por ataque ácido usados na reconstituição de traço de argamassas antigas são eles: Reconstituição de Traço de Argamassa pelo método IPT/SP, Reconstituição de Traço de Argamassa pelo método CIENTEC/RS, e reconstituição de traço adotado pelo NTPR/BA, procedimento descrito no ICCROM⁴ por Teutonico, (1988).

No primeiro caso, segundo Quarcioni (1998), o método preconizado pelo IPT para concretos tem sido utilizado para argamassas com adaptações. A argamassa ao ser atacada por ácido clorídrico gera duas frações: uma *insolúvel* (agregado) e outra *solúvel* (aglomerante).

No segundo caso, similar à técnica anterior a reconstituição de traço por ataque químico usada pelo Laboratório de Materiais de Construção Civil da Fundação de Ciência e Tecnologia do Estado do Rio Grande do Sul (CIENTEC), tem em seu procedimento separação química: primeiramente com solução saturada de cloreto de amônia e posterior, com ataque químico com ácido clorídrico.

Por fim no terceiro caso, o NTPR (Núcleo de Tecnologia da Preservação e Restauro/BA), utiliza o método simplificado de caracterização descrito por Teutonico (1988) que determina a proporção dos três principais componentes: aglomerante, agregado e os finos (impurezas como a argila com textura muito fina) (anexo V - Ficha de Descrição do procedimento). A relação da mistura do ácido clorídrico e água deionizada na proporção de 1:4, até não ocorrer mais efervescência.

⁴ ICCROM, International Center for the Study of the Preservation and the Restoration of the Cultural Property.

Finalizando o procedimento a relação da proporção do aglomerante é determinada através da diferença entre a massa inicial da amostra e a massa final da areia mais os finos.

Um consenso entre os autores sobre reconstituição de traço de argamassa, as limitações desta técnica de análise química refere-se à relação de agregados com calcário, como também ao pó de minerais presentes como impurezas, mascarando a proporção correta. Para um próximo estudo, é necessário utilizar outras técnicas complementares e conhecer o histórico e a região onde se encontra a edificação.

2.5.7 Análise Granulométrica

É a técnica que trabalha com foco no agregado da amostra, onde esta é levemente fragmentada para que suas partículas fiquem inteiras e, com isso, a distribuição das frações distribuídas nas aberturas das peneiras seja classificada de acordo com as normas da ABNT.

Os autores Lima e Luz (2001) e Santos e Veiga (2012) acreditam que embora simples a análise, e sem equipamentos complexos, possui relevância para a investigação de argamassas antigas. A granulometria do agregado influencia diretamente na composição da nova argamassa, no requisito textura, cor, compacidade e nas principais propriedades das argamassas resistência, trabalhabilidade e retenção de água.

Para realizar a distribuição granulométrica a norma NBR NM 248/2003 foi a utilizada, onde é possível através desta obter o módulo de finura do agregado e dimensão máxima. A limitação desta técnica está ligada a quantidade de massa mínima necessária para sua determinação, pois a extração de material em prédios históricos é mínima. Nas argamassas antigas para Santos e Veiga (2012), de um modo geral, utilizam peneiras de 0,15 mm (150 μ m) a 4,75 mm (agregado miúdo), reafirmando os procedimentos descritos nas normas de granulometria, para a separação do agregado, onde a resistência mecânica na argamassa é aumentada pela maior quantidade dos finos, dependendo assim da distribuição granulométrica. Abaixo da peneira 0,075 mm (200 μ m) se situam os siltes, até 0,002 mm, e abaixo deste valor, as argilas.

Peneiras Norma ABNT NBR NM 248:2003 / Serie Normal	
75 mm	
37,5 mm	
19 mm	
9,5 mm	
6,3 mm	
4,8 mm	Agregado Miúdo
2,4 mm	
1,2 mm	
0,6 mm	
0,3 mm	
0,15 mm	

Quadro 6: Tamanho das peneiras mais utilizadas para análise granulométrica de agregados.

CAPÍTULO III

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

A obtenção de dados e a análise experimental se mostra fundamental nesse estudo, com o escopo de demonstrar o aprofundamento do presente estudo.

A pesquisa envolve dois momentos: o estudo das sete (07) amostras retiradas das Ruínas de São Miguel Arcanjo, onde foi realizada a parte experimental das análises, e outra, descritivo-explicativa para os resultados encontrados.

A retirada do material para amostragem foi autorizada pelo responsável do Escritório Técnico I – Missões, do Rio Grande do Sul, IPHAN/RS, autorização em anexo I. Durante a retirada das amostras de argamassas, profissionais técnicos habilitados estavam presentes. As amostras foram retiradas conforme indicação dos técnicos e de acordo com a leitura prévia de material histórico referente às intervenções realizadas no monumento, para que não se cometessem equívocos quanto ao material coletado. O procedimento para retirada das amostras será explicado no item 3.3.

3.1 Metodologia Utilizada

A metodologia aplicada neste estudo de caracterização das argamassas antigas das Ruínas de São Miguel Arcanjo (1698) utiliza algumas técnicas de caracterização físico-químicas de materiais, as quais se complementam e respondem aos objetivos propostos neste trabalho, já listados no capítulo I.

Devido ao pouco material original extraído, sem datar-lhe precisamente a época, apenas serão analisadas as argamassas de revestimento, interna e externa.

Conhecendo o que cada técnica pode fornecer de informação sobre o tipo de material a ser coletado, direcionou-se para a retirada da menor quantidade possível de material, embora as quantidades estabelecidas por alguns autores variem em torno de 150 g, valor não alcançado em todas as amostras. Agredir o mínimo

possível os substratos e o monumento como um todo foi objetivo principal na retirada das amostras.

Para análise do material retirado das ruínas de São Miguel Arcanjo ou São Miguel das Missões, optou-se por realizar as técnicas de caracterização microestrutural, térmica, mineralógica, química e orgânica, abaixo relacionadas

A. Difração de raios X (DRX)

B. Espectroscopia no infravermelho por Refletância Total Atenuada (ATR-FTIR)

C. Análise termogravimétrica (TG) e termogravimétrica diferencial (DTG)

D. Microscopia Óptica (MO)

E. Microscopia eletrônica de varredura com sonda EDS (MEV-EDS)

*F. Análise química**

G. Análise Granulométrica

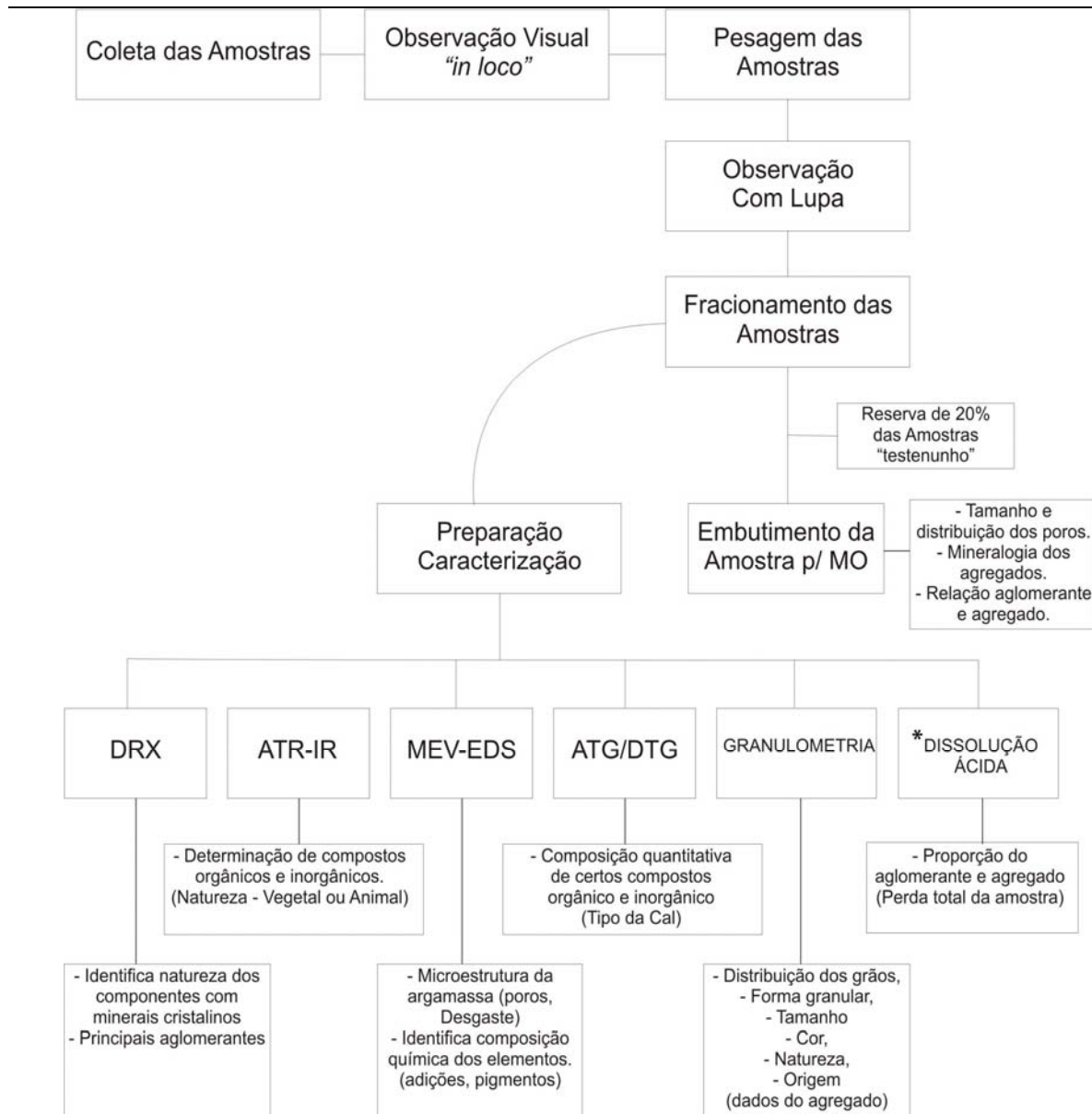
Tais técnicas foram selecionadas com base em trabalhos realizados por diversos pesquisadores, como mostra esta dissertação. Embora neste trabalho o objetivo não seja a reconstituição de uma nova argamassa, contudo há embasamento para tal, é importante organizar registros mais completos sobre a composição das argamassas antigas para que não se percam os vestígios das tecnologias tradicionais.

A metodologia de caracterização das amostras contou com a colaboração de uma equipe multidisciplinar de pesquisadores parceiros, como Físicos, Químicos, Geólogos, Engenheiros e Arquitetos. Para isso, no laboratório de Microanálise do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (IF-UFRGS) foram realizadas as análises de DRX, e no Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas da Universidade de Caxias do Sul (CCET-UCS), análises de TG/DTG e ATR-FTIR. As demais, como análises de Granulométrica, MEV-EDS e MO, foram realizadas no Centro de Tecnologia da Universidade Federal de Santa Maria, (UFSM).

Com base em Veiga et al (2001) e Nascimento et al (2009), cuja metodologia apresentada esquematiza a caracterização de argamassa antiga, utilizou-se destes modelos para compor um diagrama de procedimento e técnicas de acordo com as

* Dissolução ácida não foi realizada por ser destrutiva e por motivo da pequena quantidade de material disponível em cada amostra.

condições e recursos disponíveis para essa investigação, mostrando o mínimo necessário de técnicas destrutivas para uma investigação, conforme resume o diagrama da Figura 10.



*Dissolução ácida não foi realizada por ser destrutiva. (adaptado Veiga et al (2001) e Nascimento et al (2009))

Figura 10. Diagrama da Metodologia utilizada para a caracterização das amostras de argamassas de revestimentos das Ruínas de São Miguel Arcanjo.

As amostras extraídas foram todas consideradas de revestimentos, pois continham uma camada de emboço com espessuras variadas e uma fina camada de acabamento. Contudo, era visível a diferença de granulometria do agregado na massa, assim, não sendo considerada apenas a camada de revestimento de pintura como muito autores sugerem como sendo a tabatinga (ver nota rodapé 1, página 32).

Para uma melhor representação, embora exista padrões internacionais, aqui utilizar-se-á para nomenclatura própria. Existem padrões consagrados internacionalmente, entretanto como há controvérsias entre alguns países adotar-se-á uma nomenclatura própria para efeito de melhor descrever a constituição dos revestimentos estudados na redução. De uma forma geral os rebocos antigos são constituídos das seguintes camadas: emboço, reboco e barramento (pintura, caiação ou acabamento de origem mineral).

Neste trabalho, utilizou-se a convenção de acordo com o material encontrado: emboço e barramento, podendo ser este último uma camada mais espessa e com mais de uma camada; o conjunto das duas camadas terá nomenclatura de reboco, termo usado atualmente.

Abaixo, a figura 11 demonstra as camadas habitualmente encontradas em revestimentos antigos e a convenção utilizada.

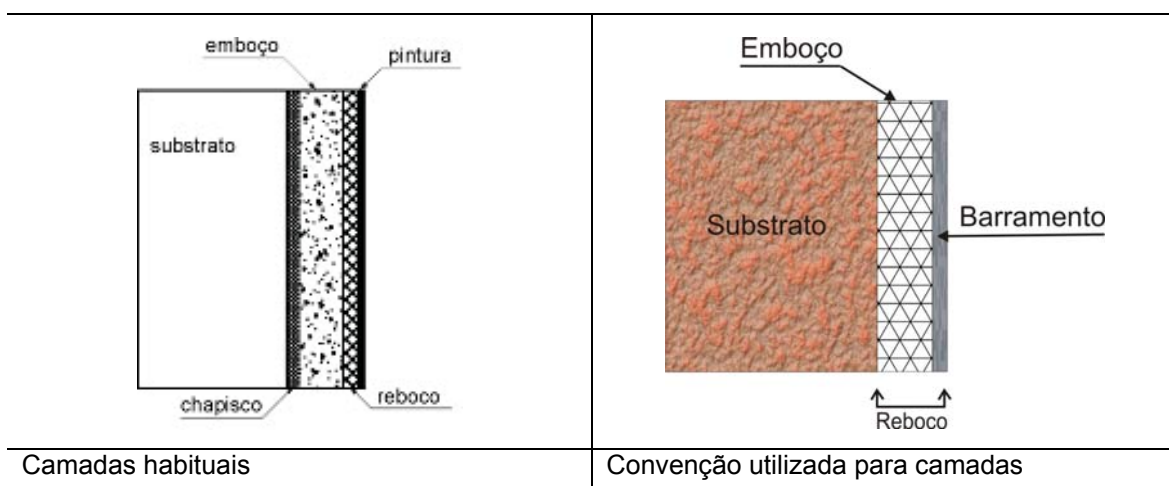


Figura 11. Corte esquemático das camadas encontradas nas amostras de argamassa de revestimento. Fonte: Carasek (2007), cap. 26 – Adaptado.

3.2 Descrição do Monumento estudado

Como já foi mencionado no capítulo 2, no item 2.3 deste trabalho com um breve histórico sobre a Redução de São Miguel Arcanjo e sua localização no tempo e no espaço, cabe aqui complementar sobre a estrutura arquitetônica, hoje ruínas, porém ainda com remanescentes de grande encantamento e monumentalidade.

A construção da Igreja de São Miguel data provavelmente de 1735, tendo sido terminada com datas próximas entre 1744 a 1747. Porém conforme Lúcio Costa⁵ (1997, apud CUSTÓDIO, 2002) em suas descrições sugere ser de 1729, em função de uma carta de Gervasoni cita Custódio(2002).

Caracterizando a terceira fase, conforme descrita no capítulo II, item 2.3 deste trabalho, a redução de São Miguel Arcanjo teve seu início em 1735 e concluída próximo do ano de 1747 marcando o apogeu da estrutura arquitetônica missionária e também seu declínio. A estrutura das paredes eram portantes em cantaria de pedra grés aparelhadas⁶, conforme relatos de viajantes da época. Em 1846 o francês Alfred Demersay fez um desenho do que era encontrado das Ruínas de São Miguel Arcanjo (FIGURA 12). Com cinco arcos o pórtico era sustentado por colunas de pedra branca e vermelha, possuía sobre ele uma balaustrada da mesma pedra, completando o frontispício com a imagem de São Miguel, e dos lados, os seis apóstolos (Custódio, 2002).

⁵ Lúcio Costa. A Arquitetura dos Jesuítas no Brasil. In. Revista do Patrimônio Histórico e Artístico Nacional, n° 26, Rio de Janeiro: IPHAN, 1997. (apud CUSTÓDIO, 2002, pag, 120)

⁶ Ribeiro, 2003. Técnica que trabalha todos os lados das pedras de uma forma uniforme, dispostas em fiadas.



Figura 12. Ruínas de São Miguel Arcanjo, 1846, DEMERSAY. Fonte: Custódio (2000)

Visconde de São Leopoldo em relatos de participante da campanha de 1756, fala do templo e todos os vestígios encontrados da redução de São Miguel, Leal 1984:

... Na frente de uma grande praça quadrangular, na qual desembocam nove ruas, via-se o templo, bem que de paredes de pedra e barro, mas muito grossas, e branqueadas de tabatinga... a igreja é de três naves, de trezentos e cinquenta palmos com de comprimento, e cento e vinte de largo, com cinco altares de talha dourada, e excelentes pintura....A Torre também de pedra com seis sinos.⁷ (PINHEIRO, 1982, p. 84 e 85)

Este simples relato demonstra a beleza e grandiosidade da construção da Igreja de São Miguel Arcanjo, que tem motivado vários pesquisadores.

O pórtico da Igreja é obra provavelmente posterior do restante da nave do templo, que se verifica pelo fato de estarem as suas paredes somente encostadas às do corpo principal da Igreja, sem qualquer amarração, conforme Leal (1984).

Complementando o relato anterior de Visconde de São Leopoldo, pelo Capitão espanhol D. Francisco Graell em 1756, que visitou a Igreja de São Miguel em 1756 assim se expressou, Custódio, 2000:

A igreja é muito grande, toda em pedra grês, com três naves em "meia-laranja", muito bem pintada e dourada, com um pórtico magnífico e de

⁷ PINHEIRO, José Feliciano Fernandes, Visc. de São Leopoldo, *Anais da Província de São Pedro*. Porto Alegre, Mercado Aberto, 1982, p. 84 e 85.

belíssima arquitetura; as abóbadas em forma de meia laranja são de madeira; o altar-mor é de entalhes sem dourar, faltando-lhe a última parte: no cruzeiro há três altares esculpidos, dois em estilo italiano, também dourados;⁸ (GRAEL, 1998, p. 89).

Conforme Custódio (2000), e Stello (2005), entre outros, afirma-se que a importância do conjunto arquitetônico das Missões de São Miguel dá-se pela relevância de ter estado no centro dos acontecimentos da Guerra Guaranítica (1750-1756) e do Tratado de Madri (1750), pela riqueza do conjunto da redução jesuítica, onde se destaca a referência com a Igreja de *Gésu* em Roma (1575-1584) projeto de Giacomo Vignola.

Após expulsão dos Jesuítas (1768) e decadência dos Sete Povos das Missões, somente em 1924 com a Comissão de Terras começaram as providencias para não serem perdidos por completo os vestígios da Redução Jesuítica e da Igreja de São Miguel Arcanjo, hoje, município de São Miguel das Missões/RS, confere, Custodio, (2002). Abaixo Figura 13, a imagem das Ruínas de São Miguel Arcanjo na situação atual, ano de 2011.



Figura 13. Ruínas da Igreja de São Miguel das Missões, 2011. Foto do autor

⁸ GRAELL, Francisco. *O passado missioneiro no diário de um oficial espanhol*. EDUNISC, Santa Cruz do Sul, 1998, p.89

3.3 Retirada das Amostras

A realização da retirada dos fragmentos para estudo foi baseada na metodologia descrita por Kanan (2008), em que se busca extrair amostras representativas e íntegras das argamassas, visando à quantidade suficiente de material para que não houvesse excesso causando danos ao monumento.

Em campo, foram utilizadas fichas descritivas para todas as amostras, como é visível no anexo III, para realizar uma avaliação visual das condições e situações encontradas no momento da retirada das amostras, bem como a do seu entorno próximo.

Para a prospecção das amostras em campo, utilizou-se talhadeira de ponta fina e martelinho pequeno para demarcação e coleta. Como as espessuras das amostras eram relativamente pequenas, em média 1 cm, o material coletado foi acondicionado para mantê-lo o mais possível íntegro.

Acondicionou-se o material em sacos plásticos identificados, e mantidos abertos no laboratório do Escritório Técnico I – Missões por um dia, para evaporação de possível umidade.

Selecionado o local para a retirada das amostras a aproximadamente cinco metros (5 m) do nível do solo, constatou-se estar livre de zonas visíveis de deterioração e, ainda, com vestígios de material original. Todo material coletado foi devidamente fotografado e registrado por meio de croqui ilustrativo e descrição macroscópica da amostra.

As amostras totalizaram sete (07) exemplares, dos quais três (03) compreenderam as argamassas de revestimento da fachada externa Norte da Ruína, formando o conjunto 1, como mostra a figura 14. As outras quatro (04), correspondentes à argamassa de revestimento interno da sala da sacristia da Ruína, formam o conjunto 2, conforme a figura 15.



Figura 14. Conjunto I - Fachada da Ruína (externa, Norte). Fonte: Foto do Autor



Figura 15. Conjunto II - Sala da Sacristia (interna) Fonte: Foto do Autor

Na Figura 16 esta indicado o local, em planta baixa, onde as amostras foram retiradas, conjunto 1 para as amostras da fachada Norte, e conjunto 2 para as amostras internas da sacristia.

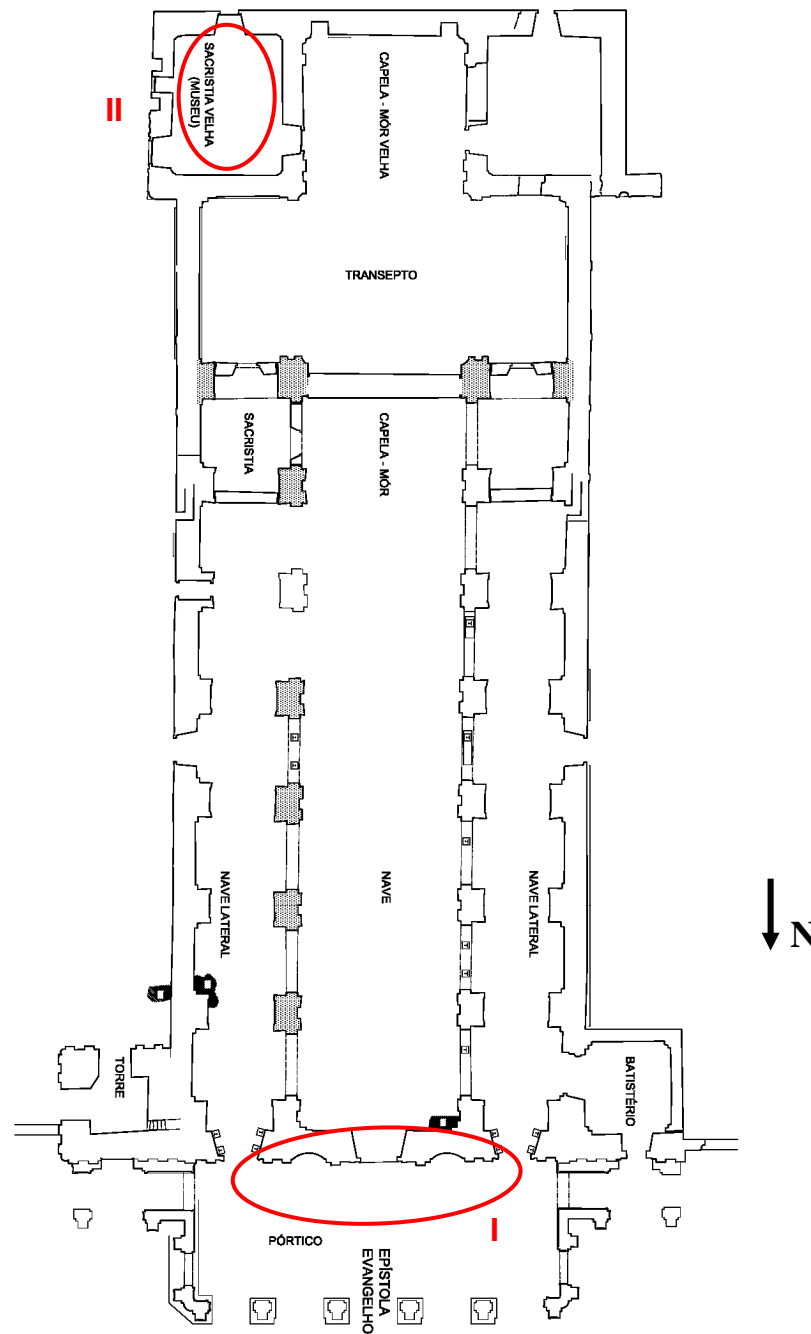


Figura 16. Planta Baixa da Antiga Igreja de São Miguel Arcaño. Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS. As elipses pontuam o local das retiradas das amostras. I: amostras do conjunto 1, II: amostras do conjunto 2

O processo e a definição do local de retirada das amostras foram indicados e supervisionados pelos profissionais responsáveis do escritório do IPHAN/RS das Missões, pois, devidas as várias intervenções de consolidação e estabilização que ocorreram em vários e diferentes períodos, são pouquíssimos lugares que ainda restam material original.

Nas Figuras 17, 18 e 19 esta ilustrado esquematicamente o procedimento de extração das amostras.

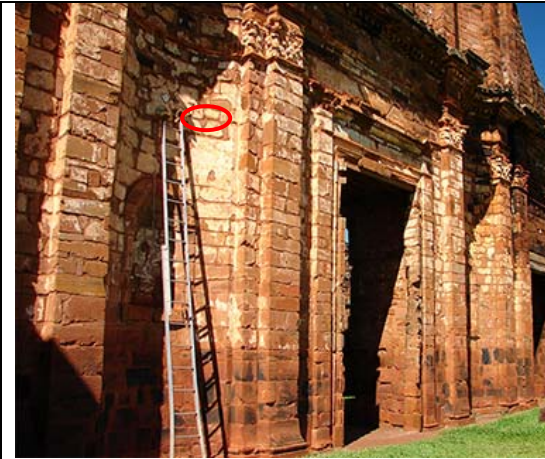


Figura 17. Fachada Norte
Escolha do Local da retirada das amostras
SMA-1A , SMA-1B, SMA-1C.
Fonte: Foto do Autor










Figura 18 Marcação Local a ser extraída a amostra. Fonte: Foto do Autor





Figura 19. Pesagem e Armazenamento das amostras
Laboratório do Escritório Técnico das Missões do IPHAN/RS. Fonte: Foto do Autor

As imagens do quadro 7 a seguir ajudam a ilustrar o material retirado de cada local, pois embora de mesma função, revestimento, ambas são de características visuais diferentes. O conjunto 1 pertence à fachada norte externa, junto ao pórtico de entrada e o conjunto 2 ao revestimento interno da sacristia velha.

Fragmento da Amostra	Argamassa	Amostra	Peso	Substrato	Local
	1	SMA-1A	40g	Parede; Pedra Arenito	Fachada Norte Altura: 5m
	2	SMA-1B	40g	Parede; Pedra Arenito	Fachada Norte Altura: 5m
	3	SMA-1C	43g	Parede; Pedra Arenito	Fachada Norte Altura: 5m
	4	SMA-2A	143g	Friso da cimalha; Arenito	Sacristia Altura: 5m
	5	SMA-2B	175g	Friso da cimalha; Arenito	Sacristia Altura: 5m
	6	SMA-2C	73g	Base da Cúpula; Tijolo de Barro	Sacristia Altura: 5,5m
	7	SMA-2D	61g	Parede; Pedra arenito	Sacristia Altura: 1m

Quadro 7. Registro da Massa, Local, e Posição da extração das amostras da Ruína de São Miguel Arcanjo (SMA)

 Amostras do Conjunto 1

 Amostras do Conjunto 2

Nas Figuras 20 e 21, pode-se visualizar melhor a localização em uma escala maior, dos locais de retirada das amostras.

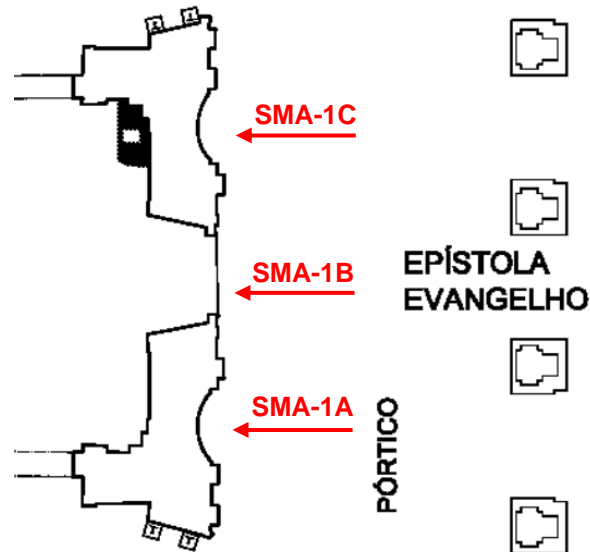


Figura 20. Esquema em Planta Baixa, local da extração das amostras da Fachada Norte. Provável material de revestimento *tabatinga*. Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS.

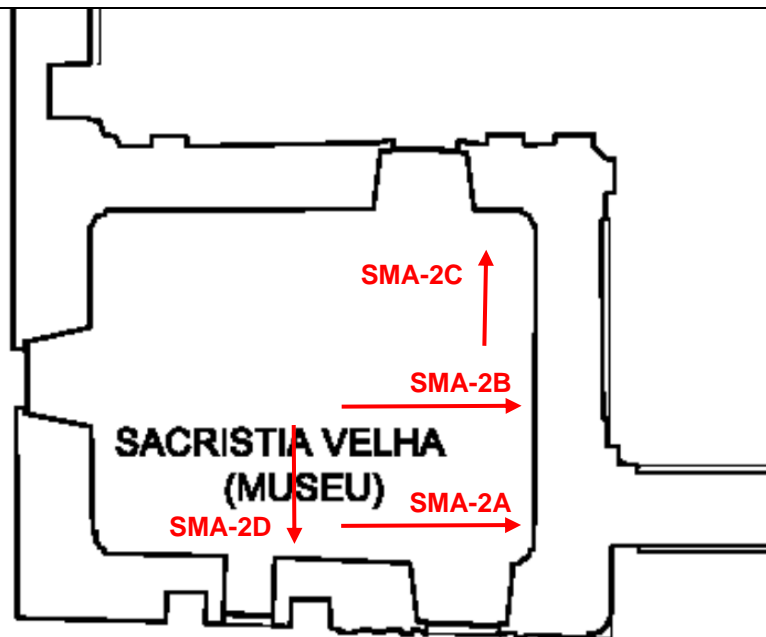

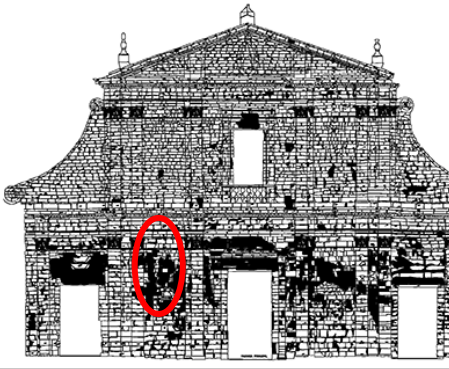

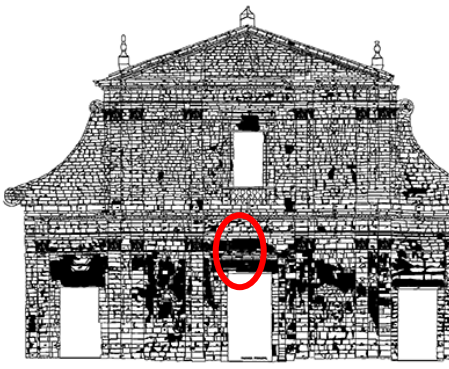

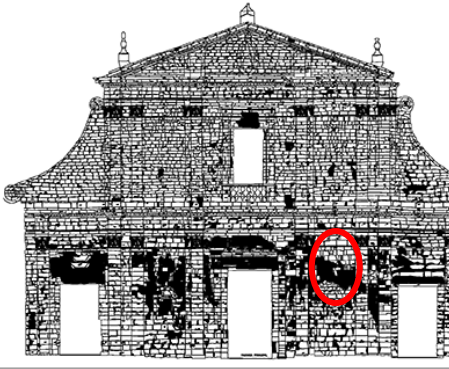

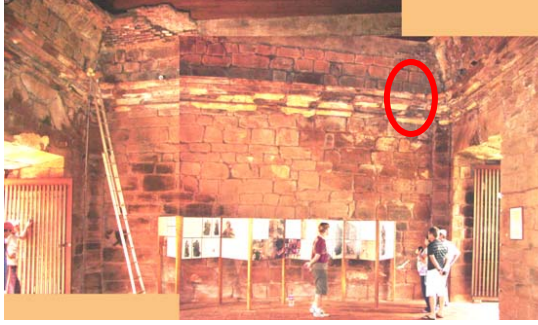



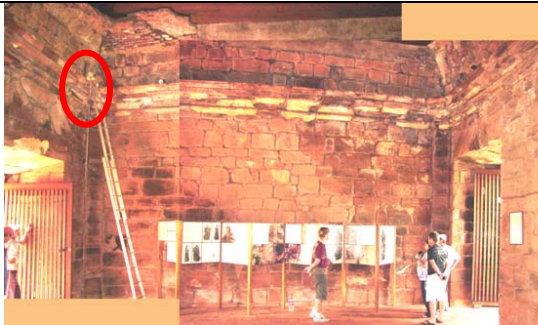

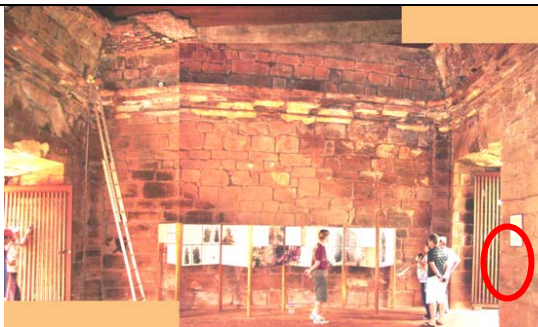


Figura 21. Esquema em Planta Baixa, local da extração das amostras da Sacristia. Provável material de revestimento cal de calera da região. Intervenção em 1762. Amostra SMA-2D, provável argamassa de *tabatinga* e caracóis. Fonte: Material cedido Escritório Técnico I São Miguel das Missões - IPHAN-RS.

O Quadro 8 e 9 apresentam imagens do locais das amostras em sua respectiva posição na fachada.

Amostra	Imagem	Localização
SMA-1A		
SMA-1B		
SMA-1C		

Quadro 8. Relação Fachada Norte e local de retirada. Fonte: Fotos do autor

Amostra	Imagem	Localização
SMA-2A		
SMA-2B		
SMA-2C		
SMA-2D		

Quadro 9. Relação Imagens internas da Sacristia Velha, local retirada, hoje museu.

Fonte: Fotos do autor

3.4 Preparação das Amostras

Após o procedimento de extração das amostras, prosseguiu-se com a preparação destas em laboratório.

Cada amostra armazenada em saco plástico foi deixada aberta em temperatura ambiente em torno de 27°C, por um dia, para que houvesse perda de umidade. A primeira descrição a olho nu foi realizada “in loco”, e registradas as informações na ficha de cada amostra. Posteriormente, foi complementada com análise preliminar auxiliada por uma lupa de mão com aumento de 2,5x em laboratório, antes de ser levado ao microscópio óptico. Foram descritos, de cada mostra: o tipo do substrato existente, as quantidades de camadas, a existência de vazios ou não, a granulometria do agregado, bem como cor, formas, textura e fibras de origem animal ou vegetal, conforme procedimento indicado por LNEC, 2006.

Antes de serem desagregadas as amostras para as próximas análises, todas foram fotografadas e registradas, e posteriormente foram secas em estufa a 60°C, por 24hs. A desagregação foi realizada, de tal modo que, sempre que possível, sobrasse uma reserva para eventuais estudos futuros, e que suprisse a necessidade das diversas técnicas a serem aplicadas para as caracterizações.

Utilizou-se um almofariz de cerâmica e um pistilo de ponta emborrachada para não mascarar o agregado e, naquelas amostras com elevada resistência, usou-se um socador metálico e um pistilo de rocha granítica, para fazer o pó necessário aos experimentos com a finalidade de determinar o teor retido na peneira de malha de 150 µm.

Da mesma parcela das amostras separadas para as análises, utilizou-se um pequeno fragmento intacto e de maior fidelidade entre as camadas de argamassa e realizou-se a microscopia óptica. O fragmento foi impregnado com resina acrílica transparente e cortado ao meio, posteriormente polido para a visualização das camadas estratigráficas do reboco.

3.5 Técnicas de Caracterização

As técnicas de caracterização física, química ou conjuntamente, possibilitam a análise da microestrutura, tendo como referencial especificamente o objeto focado em cada estudo. Para tanto alguns aspectos revisionais são fundamentais para compreensão do conjunto, em cada contexto.

3.5.1 Ensaio de caracterização adotado – DRX

O ensaio teve como objetivo obter a composição e natureza do aglomerante e agregado. O equipamento utilizado foi um *Diffraktometer D500 da Siemens* com uma fonte de radiação Cu K α , (17,5 mA, 40 kV e $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) e filtro monocromador de grafite, do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Foram efetuadas varreduras na geometria $\theta - 2\theta$ entre $5^\circ < 2\theta < 70^\circ$ de intervalo de leitura e passo de $0,05^\circ$. As amostras constaram de pó seco com partículas de 20 mg e $\varnothing < 0,074 \text{ mm}$. A identificação dos picos e padrões de difração foi feita com o programa da Philips *X'Pert HighScore* versão 1.0 (PANALYTICAL, 2001), utilizando padrões difratométricos do JCPDS-ICDD. No anexo V estão os difratogramas individuais das amostras com relevância para este trabalho.

3.5.2 Ensaio de caracterização adotado – ATR – FTIR

As análises de infravermelho foram realizadas em um espectrômetro de infravermelho de transformada de Fourier (FTIR) – *PerkinElmer Spectrum 400*, disponível no Laboratório de Caracterização de Materiais 2, da Universidade de Caxias do Sul (UCS). A espectroscopia por FTIR é uma técnica que produz o espectro de infravermelho mais rapidamente, comparado com espectrômetros de infravermelho dispersivos, onde ambos possuem a mesma faixa de espectro de $4.000 \text{ a } 400 \text{ cm}^{-1}$. Os ensaios foram realizados no modo ATR, este geralmente utilizado para se obter espectros de amostras como: pastas, adesivos e pós que não

podem ser analisados pelos métodos normais como pastilhas ou filmes, além de ser realizado com maior rapidez. Foi empregada a faixa de varredura compreendida entre 4.000 e 400 cm^{-1} e com 32 corridas de leitura.

Para o ensaio as amostras foram usadas em forma de pó, e sem a necessidade de uma quantidade específica, porém neste trabalho foi utilizado aproximadamente 50 mg de pó ($\varnothing < 0.074\text{mm}$) “in natura”, sobre uma janela de cristal de diamante do equipamento. Ver Figura 22 abaixo.



Figuras 22. Imagens do equipamento utilizando o modo ATR – FTIR. Fonte: Fotos do autor

3.5.3 Ensaio de caracterização adotado – TG e DTG

As análises termogravimétricas foram realizadas no Laboratório de Polímeros da UCS, em um equipamento *Shimadzu TGA-50*, em atmosfera de N_2 com fluxo de 40 mL/min, em cadinho de platina. A massa utilizada foi de aproximadamente 40 mg e os ensaios realizados com rampa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ na faixa de temperatura entre 23 a 910°C .

3.5.4 Ensaio de caracterização adotado – MO

Conjuntamente com a análise visual realizada *in loco*, através de lupa manual de aumento 5x, a microscopia óptica se dará através de secção polida da amostra, observa-se detalhes relativos ao agregado e das camadas de barramento, com o recurso da análise estratigráfica, muito utilizada em arqueologia, mas que também imprime bons resultados para conhecimento das camadas da amostra. A análise

visual das amostras tem como objetivo inicial identificar, quantificar e diferenciar os substratos das amostras coletas. As análises de microscopia óptica foram realizadas no Laboratório de Metalurgia Física da UFSM, por meio de microscópio ótico com capacidade de aumento de até 2000x, tendo sido empregada ampliação de 7,5x.

3.5.5 Ensaio de caracterização adotado – MEV-EDS

As amostras foram embutidas em resina acrílica transparente e lixadas para uma completa regularização da superfície, e na sequência, revestidas com um filme fino de ouro, através de elétrons secundários. As observações foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura da modelo *Jeol JSM-6360* com sonda EDS acoplada da marca *Noran*, no Laboratório de Metalurgia Física da UFSM.

3.5.6 Ensaio de Caracterização adotado (Razões da não realização da análise química)

Embora este ensaio seja descrito neste trabalho e nos demais da revisão bibliográfica, optou-se por não realizá-lo, pelos motivos abaixo:

1. Falta de quantidade significativa de material para realizar o ensaio.
 2. Com a quantidade de material existente não teria nenhum resultado expressivo para esta pesquisa.
 3. A relação da proporção de aglomerante e agregado não é o objetivo principal e nem secundário desta pesquisa mas sim sua caracterização quanto a tipo, natureza, e origem, podendo ser constatado por outros métodos na investigação.
 4. O IPHAN construiu seu traço padrão para material com cal, realizados em outras pesquisas complementares a esta. Utilizado apenas neste caso da ruína, com objetivo de consolidação das estruturas em risco.
 5. Optou-se em resguardar o material restante das amostras, entregando-o ao IPHAN/RS no Escritório Técnico de São Miguel das Missões, para uso quando
-

necessário para algum tipo de investigação. Assim preserva-se o pouco de material original que ainda permanece com vestígios na ruína.

3.5.7 Ensaio de caracterização adotado – Granulometria

Após o destorroamento, e apiloamento sem maceração dos grãos, as amostras permaneceram em estufa em temperatura próxima a 85°C por um dia, e o peneiramento ocorreu na sequência. Para determinar a composição granulométrica, não foi usada a quantidade recomendada para esta análise, conforme norma NBR NM 248/2003, de mínimo 500 g por amostra para agregado miúdo, por motivos já mencionados anteriormente como a falta de material e intervenção mínima no monumento, mas o procedimento utilizado foi o descrito acima.

CAPÍTULO IV

4 RESULTADOS: APRESENTAÇÃO, ANÁLISE E DISCUSSÃO

Neste capítulo, a análise, interpretação e discussão dos resultados serão realizadas com base nas relações históricas da obra estudada, suas origens e suas evoluções. Para isto, primeiramente será feito uma análise histórica do monumento com base na revisão bibliográfica, concomitante com as análises *in loco* e por microscopia óptica das amostras, com respectivas descrições de textura, coloração e observação das camadas e do substrato. Na sequência, serão apresentados os resultados obtidos pelas técnicas analíticas (DRX, TG/DTG, ATR-FTIR, MEV-EDS e granulometria) conforme descritas no capítulo 3, com a identificação e caracterização do aglomerante e agregado presentes nas amostras.

4.1 Análise Histórica

De acordo com Stello (2005), ao estudar as origens, evolução e intervenções da Redução Jesuítica de São Miguel Arcanjo, constatou-se que em 1687 foi implantada no seu atual sitio, e somente em 1735 teve início a construção da Igreja, hoje ruína. Sua construção foi realizada em quatro etapas, começando pela capela-mor, *sacristia* e contra *sacristia* e transepto. Uma observação de grande relevância é a data inscrita em um dos capitéis da torre onde se lê “1739 años”, talvez data provável de sua construção. Tendo sido concluída com datas de término entre 1744 a 1747, havendo um lapso de tempo entre 9 a 12 anos de construção. Ou seja, 48 anos sem um espaço sagrado de grande monumentalidade, apenas com construções provisórias e secundárias com estrutura de madeira.

Somente em 1756 foram encontradas algumas caleras na região, com difícil exploração. Em 1768 ocorreu a expulsão dos Jesuítas e a decadência das reduções e em 1828 completo abandono e desocupação do povoado de São Miguel, relata Leal (1984).

Em 1793, foi trazido de Buenos Aires pelo administrador da Redução 5.000 fanegas⁹ de cal. De acordo com o relato dos historiadores e autores sobre o assunto da cal que era usada na época as hipóteses indicam cal de concha de caracol calcinado, existente em abundancia nos campos. Esta cal, por sua vez, era usada apenas para branquear superfícies.

A partir desta análise histórica, e com recursos reduzidos, tanto de técnicas como material para investigação de uma datação da cal encontrada, construiu-se alguns questionamentos, para orientação das análises.

- se comprovada a presença da cal, tentar saber qual a sua procedência, se local ou de outras regiões dentro do atual território argentino ou paraguaio, conforme é encontrada as outras reduções.
- uma vez que o material usado em construções da época era barro e suas misturas, a presença da cal nas amostras coletadas seria um indicativo da intervenção de 1762.
- em análises prévias constatou-se a presença da cal nas amostras coletadas, mas não sendo possível fazer uma análise de sua procedência ou origem. Logo, por não se ter um comparativo de caracol da região e de mesma época.

⁹ Apud STELLO 2005, fanegas conforme LEAL, 1984, equivale a 180.300 kg de cal. Ver nota de rodapé 3, item 2.4.1

4.2 Análise Visual das Amostras

Logo após a coleta das amostras, antes de serem acondicionadas e preparadas para a caracterização físico-química, estas foram analisadas visualmente conforme as seguintes observações:

- amostras do Conjunto 1 (fachada norte): ao serem extraídas possuíam boa aderência, porém facilmente desagregavam ao toque depois de extraídas do substrato de pedra arenítica. Possui uma pequena camada de emboço e 5 camadas de acabamento mais grossa, formado por basicamente uma pasta branca. Além da presença de fibras de origem animal e vegetal, na camada de emboço, como palhas, cabelo e crina animal;
- amostras do Conjunto 2 (sacristia): possuíam boa compacidade/rigidez e boa aderência ao substrato (pedra arenítica, exceto a amostra nomeada SMA-2C que o substrato era de tijolo de barro). A amostra SMA-2D, possui uma pasta branca que envolve o agregado;
- visualmente em nenhum dos dois conjuntos de amostras foram constatados fragmentos de concha de caracol, ou caramujo.

A partir da análise no microscópio observaram-se os seguintes aspectos sobre o agregado: agregado miúdo, de origem natural, provável areia de campo da mesma região ou das bacias dos rios Piratinim e Ijuí e seus afluentes que circundam as ruínas, de natureza de formação quartzosa e grãos de dimensões e cores variadas.

Nas amostras foram constatados agregados de forma variada, de anguloso a subarredondado, conforme NBR 7389-1 (2009), no que se refere a forma das partículas e as dimensões dos grãos (alongadas, achatadas e equidimensionais) e suas arestas arredondadas ou angulosas.

No quadro 10 a seguir se refere aos aspectos encontrados de cada amostra no local da sua extração.

Amostras	Quantidade	Aderência ao substrato	Manifestações patológicas	Espessura média	Substrato	Outros Aspectos
SMA-1A	40 g	moderada	não	4 mm	arenito	quebradiça
SMA-1B	40 g	fraca	sim, umidade	8 a 12 mm	arenito	quebradiço
SMA-1C	43 g	fraca	não	8 mm	arenito	quebradiço
SMA-2A	143 g	fraca	sim, umidade	5 mm	arenito	compacta
SMA-2B	175 g	moderada	não	5 mm	arenito	compacta
SMA-2C	73 g	fraca	sim, umidade	7 a 11 mm	tijolo barro	pouco compacta
SMA-2D	61 g	forte	não	4 mm	arenito	compacta

Quadro 10. Observação visual das amostras

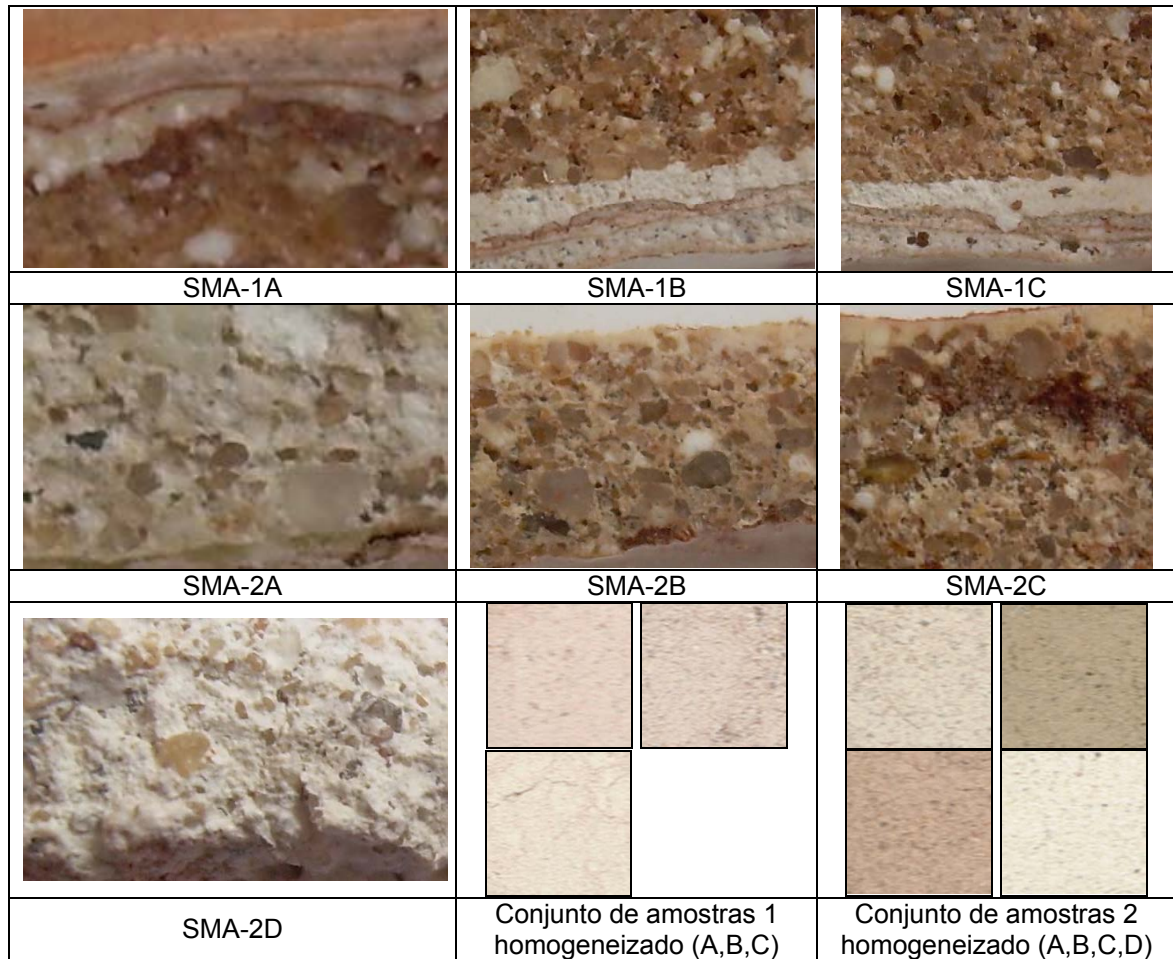
No Quadro 11 se apresenta as características observadas em cada amostra, depois de retiradas e preparadas com o procedimento de embutimento em resina acrílica, como: *A) Fibras – Animal (Ani), Vegetal (Veg), B) Cor – após a desagregação das amostras determinadas pela tabela de cores Munsell Soil Color (1994), C) Tipo Agregado, D) Tamanhos Agregado, E) Forma do Agregado, F) Distribuição Grãos, G) Vazios – razoável, pouco e coeso, H) Número de Camadas, I) Resistência a desagregação – Fraca, Moderada, Forte.*

Amostra	A		B	C	D	E	F	G	H	I
	Ani	Veg								
SMA-1A	sim	x	10YR 7/6	quartzo	agreg peq.	subang	contínua	razoável	5	fraca
SMA-1B	sim	sim	10YR 7/6	quartzo	agreg peq.	subang	contínua	razoável	5	fraca
SMA-1C	x	x	10YR 7/6	quartzo	agreg peq.	subang	contínua	razoável	5	fraca
SMA-2A	sim	x	2,5Y 9/4	quartzo	vários	subang	contínua	pouco	2	forte
SMA-2B	x	x	10Y 9/2	quartzo	vários	subang	contínua	pouco	2	forte
SMA-2C	x	x	10YR 7/6	quartzo	vários	subang	contínua	razoável	2	moderada
SMA-2D	x	x	N 9,5	quartzo	vários	subang	contínua	coeso	1	moderada

Quadro 11. Características observadas com microscópio óptico das amostras de agregados.

No Quadro 12 é possível observar o aspecto geral das amostras, tanto do agregado como das camadas de revestimento encontradas. Para tanto foi utilizado aumento de 7,5x por microscopia óptica. As amostras do conjunto 1 indicam uma predominância em relação ao agregado de mesma cor, e textura quando

homogeneizados. As amostras do conjunto 2 como mostra as imagens do material homogeneizados, a cor é variada indicando possíveis agregados de fontes e granulometria diferentes.



Quadro 12. Aspectos gerais das amostras de agregados miúdos.

4.3 Identificação e Caracterização do Aglomerante e Agregado

4.3.1 Aglomerante

4.3.1.1 Difração de raios x

O anexo V apresenta os difratogramas individuais das amostras coletadas cuja identificação das espécies cristalinas presentes nas amostras, por padrões de DRX, é apresentada no Quadro 13. As análises revelam claramente a presença abundante de calcita e quartzo (agregado) em ambos os conjuntos (1 e 2) de amostras. Os padrões de DRX indicaram também a intensidade de picos distintos de caulinita e hidroxiapatita predominantemente nas amostras do conjunto 1, e picos de aragonita e forsterita predominantemente nas amostras do conjunto 2.

Composição	SMA-1A	SMA-1B	SMA-1C	SMA-2A	SMA-2B	SMA-2C	SMA-2D
Calcita	+++	+++	+++	++	++	++	+++
Quartzo	++	++	+	+++	++	++	+
Caulinita	+	vtg	+	-	-	vtg	-
Hidroxiapatita	+	+	+	-	-	-	-
Aragonita	-	-	-	+	-	+	+
Fosterita	-	-	-	+	vtg	vtg	Vtg
Wewelita	-	?	-	-	-	-	-
Dolomita	-	-	-	?	?	?	?
Nitrato de Potássio	-	-	-	-	?	-	?
Diopside	-	-	-	-	-	?	-
Magnetita	-	-	-	-	-	-	?

Quadro 13. Composição mineralógica das amostras por DRX e sua abundância relativa.

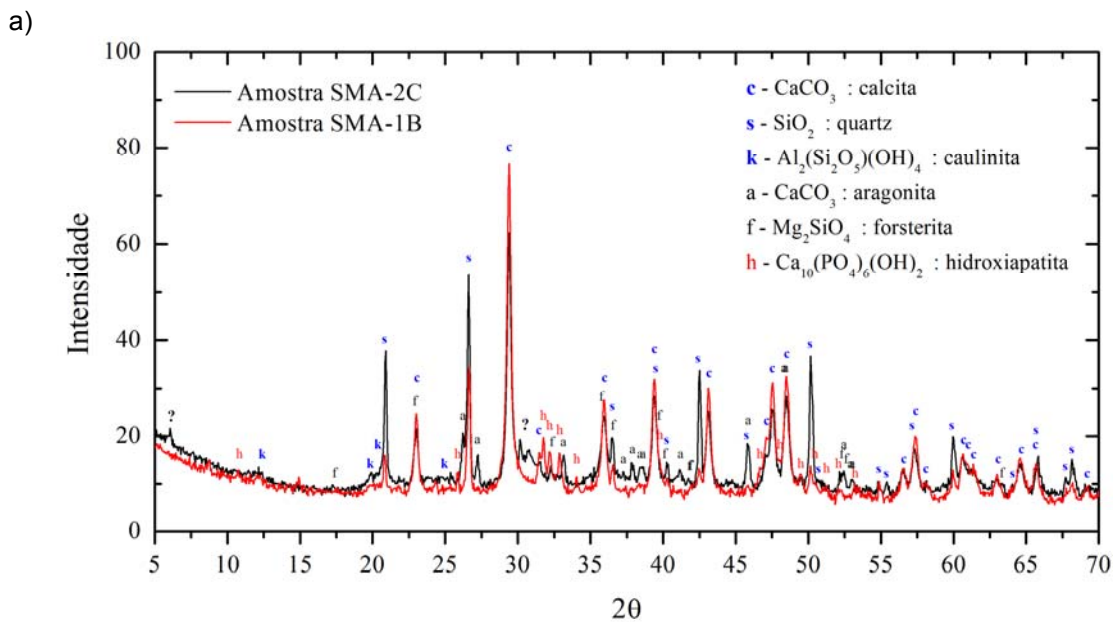
Convenção: (+++) muito abundante; (++) abundante; (+) pouco abundante; (vtg) vestígios de presença; (?) possível presença; (-) não detectado.

Ainda, conforme o quadro 13, além dos picos principais identificados, há também em algumas amostras a presença de padrões de picos de difração de intensidade extremamente fraca. Como exemplo, a possível presença de wewelita¹⁰ (oxalato de cálcio monohidratado) na amostra SMA-1B, com seu pico mais intenso em 14,9°, surgindo como provável contaminação da calcita. Bem como a possível

¹⁰ A presença de wewelita (CaC₂O₄.H₂O) pode ser explicada tanto pela ocorrência natural quanto pela ação de microorganismos como fungos e líquens (mais provável neste caso), pois excretam ácido oxálico, que ao entrar em contato com carbonatos produz sais de cálcio.

presença de dolomita e diopsita nas amostras do conjunto 2, e nitrato de potássio na amostra SMA-2B, este de origem animal (provável fezes de morcego).

A Figura 23 apresenta um comparativo dos difratogramas obtidos de duas amostras representativas de cada conjunto, com as suas diferenças devidamente indicadas. Em preto somente o material encontrado nas amostras do conjunto 2, vermelho o encontrado nas amostras do conjunto 1 e, em azul, é indicado o material comum em ambos os conjuntos 1 e 2. A escolha particular da amostra SMA-1B é devida a clara indicação da presença de hidroxiapatita, e a SMA-2C pela indicação clara da presença de aragonita e a possível presença de dolomita e diopsita. Observa-se que os picos da calcita nas amostras do conjunto 1 são maiores que os do conjunto 2, revelando que as primeiras contêm maior teor de cal do que as segundas, conforme ilustram as figuras 23a e 23b, assim como os difratogramas do Anexo V.



b)

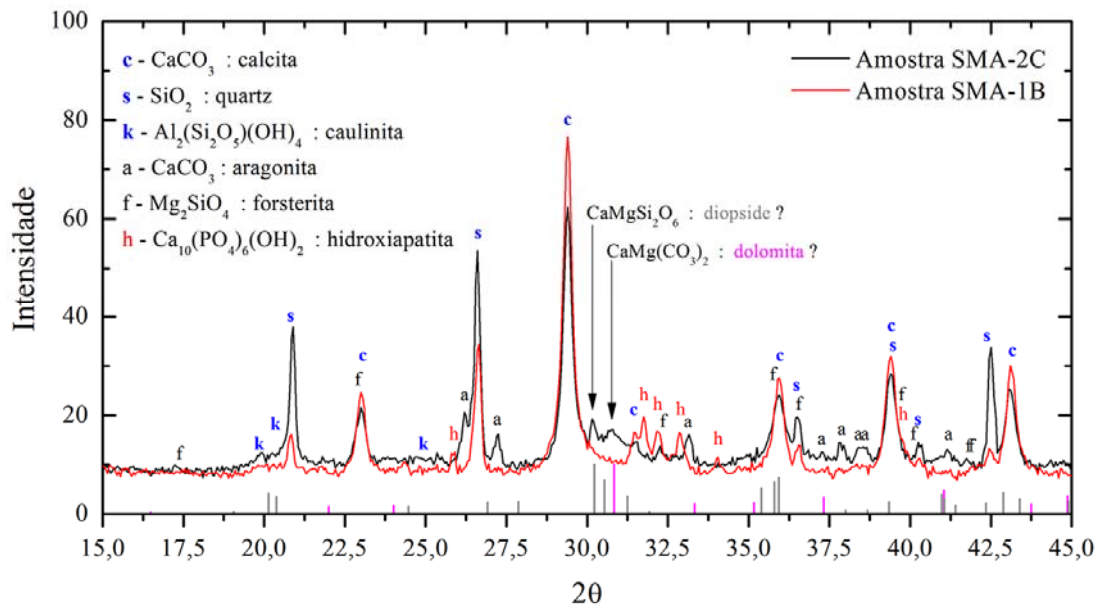


Figura 23. – Difratogramas: amostra SMA-1B e SMA-2C: **a)** comparativo entre amostras do conjunto 1 e 2 com a respectiva identificação dos picos: Em azul material comum as amostras, preto somente nas amostras do conjunto 2 e vermelho somente nas amostras do conjunto 1. **b)** comparativo em região ampliada

Portanto em síntese, as análises dos difratogramas do Anexo V, Quadro 13 e Figuras 23a e 23b, considerando-se os picos principais de cada composto identificado, mostram que para o conjunto 1, amostras SMA-1A, SMA-1B e SMA-1C (fachada norte), o pico que mais se destaca é o da calcita ($d = 3,04 \text{ nm}$ e $\theta = 29,4^\circ$) com intensidades entre 75 e 95 *counts*. A presença deste CaCO_3 é evidência muito forte da presença de cal nos revestimentos amostrados deste local, apesar da carência da cal na época da construção da Igreja. Outro pico que se destaca é o do quartzo ($d = 3,34 \text{ nm}$ e $\theta = 26,7^\circ$) mostrando a presença de areia em todas as amostras, juntamente com a caulinita ($d = 7,13 \text{ nm}$ e $\theta = 12,4^\circ$), com célula unitária hexagonal, composto argiloso que faria parte do que antes foi nomeado como tabatinga pelos historiadores. Por último, a hidroxiapatita¹¹ ($d = 0,94 \text{ nm}$ e $\theta = 32^\circ$), poderia ser proveniente de ossos e dentes pulverizados.

No conjunto 2, amostras SMA-2A, SMA-2B e SMA-2C (sacristia) repetem-se as presenças de calcita e quartzo praticamente com a mesma intensidade que no conjunto 1 (fachada norte), apresentando-se ainda a aragonita ($d = 3,40 \text{ nm}$ e $\theta = 26,1^\circ$), de mesma composição da calcita embora com célula cristalina unitária

¹¹ **Hidroxiapatita:** mineral composto de fosfato de cálcio cristalino, representa de 30 a 70% da massa dos ossos e dentes dos seres vertebrados, sendo o principal constituinte mineral destas estruturas. Atualmente é utilizado como um material biocerâmico para enxertos e próteses.

ortorrômbica, podendo ser de conchas de caramujos que se encontravam no local, como relata a literatura. Geralmente esses dois minerais ocorrem juntos por serem polimórficos, ou seja, com a mesma composição química mas com moléculas de formas geométricas diferentes, assim como a dolomita – carbonato de cálcio e magnésio - com possível presença em conjunta com as anteriores, conforme apresenta o Quadro 13. Por fim, também com picos intermediários, aparece a forsterita ($d = 2,44 \text{ nm}$ e $\theta = 36,8^\circ$), um silicato de magnésio provavelmente associado ao material argiloso utilizado, junto com a caulinita, porque ambos são provenientes da meteorização da rocha matriz. Neste local não foram encontrados picos de hidroxiapatita o que revelaria não ter sido utilizada cal de origem animal, ao menos em teores mais elevados que pudessem ter sido detectados nos difratogramas.

As Figuras 23a e 23b mostram muito bem a quase superposição dos difratogramas SMA-1B e SMA-2C, representantes dos dois locais amostrados, evidenciando que existe praticamente a mesma composição mineralógica nos dois revestimentos, com as exceções acima comentadas, apenas ambos distintos nas intensidades dos picos.

4.3.1.2 Espectroscopia de infravermelho (ATR-FTIR)

As análises realizadas por espectroscopia de infravermelho (ATR-FTIR) complementam as observações feitas por DRX para ambos os conjuntos de amostras. No Quadro 14 a seguir se apresenta as diferentes bandas do espectro de infravermelho reportadas na literatura para os principais materiais identificados anteriormente por DRX (i.e. Calcita, Quartzo, Caulinita, Hidroxiapatita, Aragonita e Forsterita, além da Dolomita).

Banda cm^{-1}	Identificação	
3714	estiramento OH ⁻ plano basal [Friolo 2003]	caulinita
3696	estiramento OH ⁻ plano basal [Bougeard 2000, Saikia 2003], 3689 argilas [Reig 2002]	caulinita

3664	estiramento OH ⁻ intrarede [Jiang 2009, Friolo 2003, Bougeard 2000]	caulinita
3624	estiramento OH ⁻ intercamada [Bougeard 2000, Friolo 2003, Jiang 2009, Saikia 2003], argilas [Reig 2002]	caulinita
3570	estiramento OH ⁻ hidroxiapatita [Rehman 1997]	hidroxiapatita
3420	estiramento OH ⁻ (v ₁ + v ₃) água	água
3375	estiramento OH ⁻ v ₃ água adsorvida	água
3230	estiramento OH ⁻ v ₁ água adsorvida	água
2510	carbonato CO ₃ ²⁻ (v ₁ + v ₃) [Andersen 1991, Zeng 2008, Biscontin, 2002]	calcita
1793	carbonato CO ₃ ²⁻ (v ₁ + v ₄) [Andersen 1991, Zeng 2008, Biscontin, 2002]	calcita
1640	estiramento H-O-H v ₂ água adsorvida	água
1488	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₃ [Andersen 1991]	aragonita
1487	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₃ [Andersen 1991]	vaterita
1445	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₃ [Andersen 1991]	vaterita
1440	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₃ [Andersen 1991]	aragonita
1420	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₃ [Andersen 1991, Reig 2002, Chu 2008, Rehman 1997, Biscontin, 2002]	calcita
1165	estiramento Si-O [Biscontin, 2002], 1170 [Friolo 2003]	quartzo
1110	estiramento Si-O-Si v ₃ [Saikia 2003, Bougeard 2000]	caulinita
1090	fosfato PO ₄ ³⁻ v ₃ [Rehman 1997], quartzo [Reig 2002, Biscontin, 2002]	hidroxiapatita, quartzo
1088	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₁ [Andersen 1991]	vaterita
1082	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₁ , aragonita [Chengyu 2009, Martinez-Ramirez 2003] estiramento Si-O, quartzo [Friolo 2003]	aragonita, quartzo
1042	fosfato PO ₄ ³⁻ v ₃ [Rehman 1997]	hidroxiapatita
1034	estiramento Si-O caulinita [Jiang 2009, Saikia 2003, Bougeard 2000] 1033 argilas [Reig 2002]	caulinita
1007	estiramento Si-O caulinita [Bougeard 2000, Saikia 2003], argilas [Reig 2002], silicato SiO ₄ ⁴⁻ v ₃ [Tavangarian 2010]	caulinita, forsterita
986	silicato SiO ₄ ⁴⁻ v ₃ [Tavangarian 2010]	forsterita
962	fosfato PO ₄ ³⁻ v ₁ [Rehman 1997]	hidroxiapatita
960	silicato SiO ₄ ⁴⁻ v ₁ [Tavangarian 2010]	forsterita
912	deformação Al-OH, caulinita [Bougeard 2000], argilas [Reig 2002]	caulinita
874	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₂ [CHU 2008] 873 [Rehman 1997, Reig 2002, Zeng 2008, Biscontin, 2002]	calcita / vaterita
873	silicato SiO ₄ ⁴⁻ v ₁ [Tavangarian 2010]	forsterita
857	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₂ fora do plano de ligação [Chengyu 2009, Martinez-Ramirez 2003]	aragonita
850	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₂ [Hughes 1995, Biscontin, 2002]	calcita
838	silicato SiO ₄ ⁴⁻ v ₁ [Tavangarian 2010]	forsterita
798	estiramento Si-O quartzo [Reig 2002, Biscontin, 2002], Friolo 2003]	quartzo
795	estiramento Si-O [Friolo 2003], estiramento Si-O-Si v ₁ [Bougeard 2000, Saikia 2003]	caulinita
779	estiramento Si-O [Reig 2002, Biscontin, 2002] [Friolo 2003]	quartzo
752	estiramento Si-O [Friolo 2003, Bougeard 2000], estiramento Si-O-Si v ₁ [Saikia 2003]	caulinita
746	carbonato CO ₃ ²⁻ v ₄ [Andersen 1991]	vaterita

713	carbonato CO_3^{2-} ν_4 [Andersen 1991, Luzinova 2011, Chu 2008, Reig 2002, Zeng 2008]	calcita / aragonita
700	carbonato CO_3^{2-} ν_4 [Andersen 1991]	aragonita
694	estiramento Si-O quartzo [Reig 2002, Biscontin, 2002] estiramento Si-O caulinita [Friolo 2003, Saikia 2003, Bougeard 2000]	quartzo, caulinita
632	fosfato PO_4^{3-} ν_4 [Rehman 1997]	hidroxiapatita
616	silicato SiO_4^{4-} (ν_2 ou ν_4) [Tavangarian 2010]	forsterita
602	fosfato PO_4^{3-} ν_4 [Rehman 1997]	hidroxiapatita
566	fosfato PO_4^{3-} ν_4 [Rehman 1997]	hidroxiapatita
538	estiramento O-Si-O [Friolo 2003, Bougeard 2000], estiramento Al-Si-O [Jiang 2009, Saikia 2003]	caulinita
527	silicato SiO_4^{4-} (ν_2 ou ν_4) [Tavangarian 2010]	forsterita
507	silicato SiO_4^{4-} (ν_2 ou ν_4) [Tavangarian 2010]	forsterita
475	modos do MgO_6 da forsterita [Tavangarian 2010]	forsterita
474	estiramento O-Si-O [Friolo 2003]	caulinita
472	fosfato PO_4^{3-} ν_2 [Rehman 1997]	hidroxiapatita
469	estiramento Si-O caulinita [Saikia 2003, Bougeard 2000], 467 quartzo [Reig 2002]	caulinita, quartzo
428	estiramento Si-O caulinita [Saikia 2003, Bougeard 2000]	caulinita

Quadro 14. Bandas de espectros no infravermelho reportados na literatura.

Legenda: ν_1 – estiramento simétrico, ν_2 – deformação angular simétrica, ν_3 – estiramento assimétrico, ν_4 – deformação angular assimétrica

Nas Figuras 24 e 25 são apresentados os espectros de infravermelho obtidos para as amostras do conjunto 1 e conjunto 2 respectivamente. Nestas figuras estão indicados os picos de absorção observados, além do detalhe da região entre 1.300 e 400 cm^{-1} .

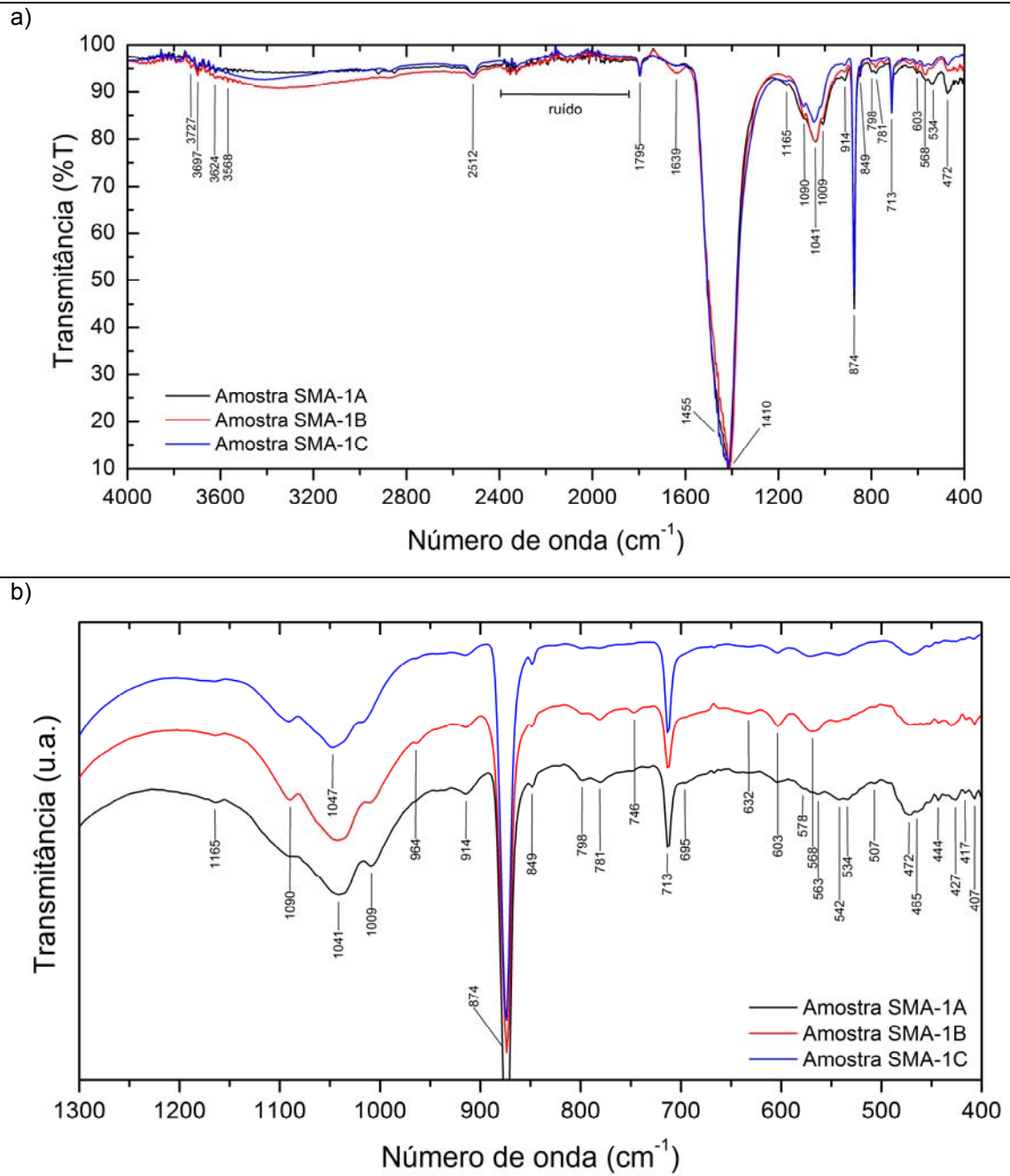


Figura 24. a) Espectros de infravermelho das amostras do conjunto 1 com a indicação dos picos principais de absorção. b) Detalhe da região entre 1300 e 400 cm^{-1}

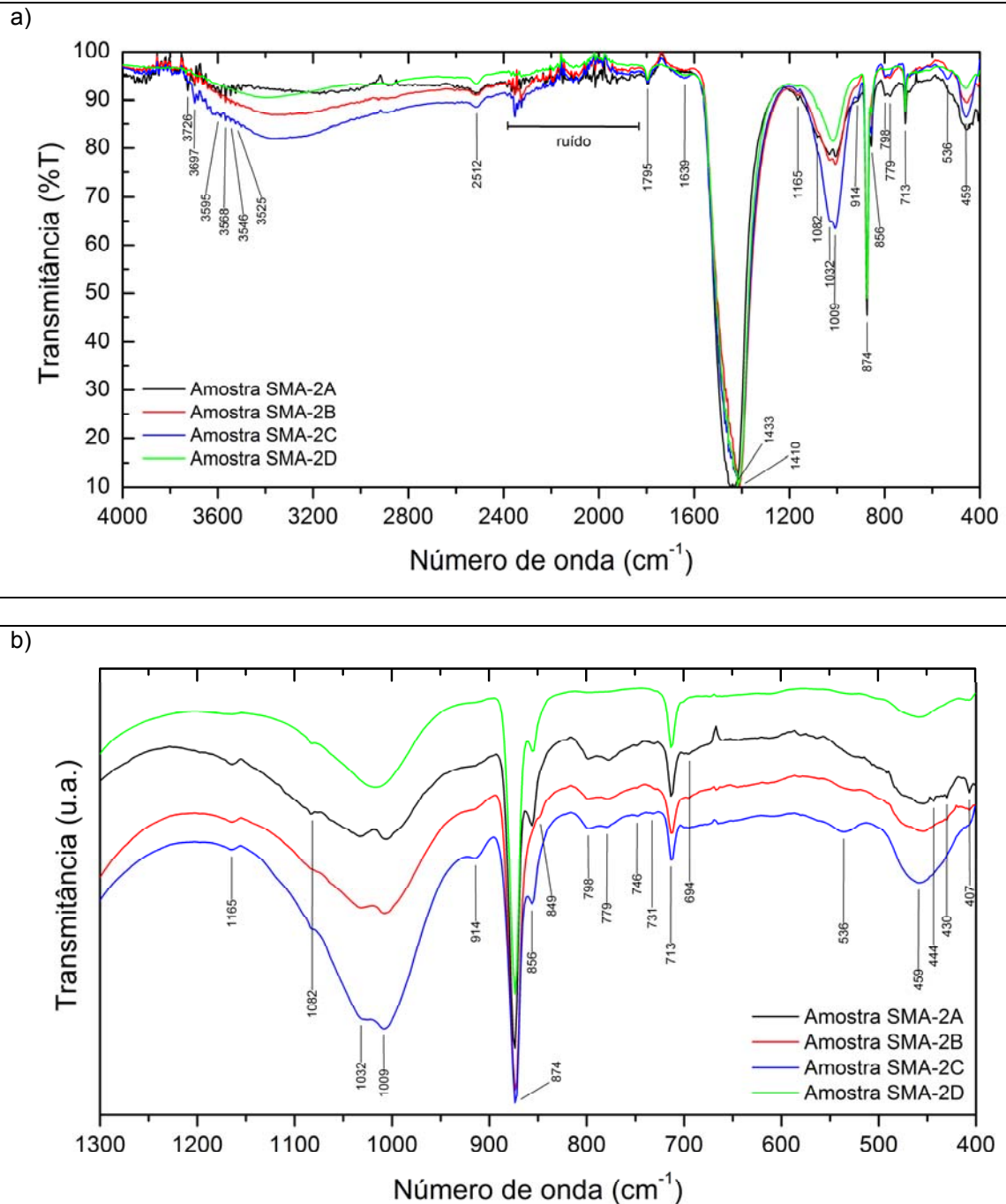


Figura 25. a) Espectros de infravermelho das amostras do conjunto 2 com a indicação dos picos principais de absorção. **b)** Detalhe da região entre 1300 e 400 cm^{-1}

De acordo com os espectros de infravermelho observam-se três regiões distintas de absorção. A primeira entre 3.600 a 3.000 cm^{-1} refere-se a presença de água livre e adsorvida nas amostras juntamente com estiramentos OH das argilas. A segunda, entre 1.300 a 1.600 cm^{-1} , corresponde a presença de diferentes variações

do carbonato de cálcio devido a sobreposição de picos de absorção relativos a estiramentos assimétricos do CO_3^{2-} . A terceira região entre 900 a 1.150 cm^{-1} corresponde basicamente a presença de argilominerais e ao aglomerado de quartzo (além de outros minerais presentes), devido a sobreposição de picos relacionados a estiramentos simétricos e assimétricos de SiO^- .

No Quadro 15 abaixo tem-se o resumo as principais bandas de absorção observadas nas análises de ATR-FTIR para ambos os conjuntos de amostras.

Banda	SMA-1A	SMA-1B	SMA-1C	SMA-2A	SMA-2B	SMA-2C	SMA-2D
3727	f	f	f	f	-	-	-
3697	f	f	f	-	-	f	-
3624	f	f	f	-	-	f	-
3568	f	f	-	f	f	f	f
3546	-	-	-	f	f	f	-
3525	-	-	-	f	f	f	-
3423	-	-	f	-	-	-	F
3371	-	mf	-	-	mf	m	-
3230	-	mf	-	-	mf	m	-
2512	mf	mf	mf	mf	mf	mf	mf
1795	mf	mf	mf	mf	mf	mf	mf
1639	f	mf	f	-	f	f	F
1455-1410	F	F	F	F	F	F	F
1165	f	f	-	f	f	f	-
1090	o	f	f	-	-	-	-
1082	-	-	-	f	o	o	f
1041	m	m	m	-	-	-	-
1032	-	-	-	m	m	m	-
1009	f	o	o	m	m	m	M
964	-	o	-	-	-	-	-
914	f	f	f	o	o	-	f
874	F	F	F	F	F	F	F
856	-	-	-	m	-	m	m
849	f	f	f	-	-	-	-
798	mf	mf	f	mf	mf	mf	-
780	mf	mf	f	mf	mf	mf	-
746	-	f	-	o	-	o	-

713	m	m	m	m	m	m	m
700	-	-	-	o	-	o	o
695	o	o	o	o	o	o	-
632	-	o	-	-	-	-	-
603	f	f	f	-	-	-	-
568	f	f	f	-	-	-	-
536	f	o	f	o	o	f	-
507	f	f	-	-	-	-	-
472	mf	mf	mf	-	-	-	-
460	o	-	-	m	mf	mf	mf
444	f	f	-	o	-	-	-
427	f	f	-	o	o	-	-
417	f	f	-	-	-	-	-
407	f	f	f	f	f	o	o

Quadro 15. Bandas de absorção no infravermelho observadas nas amostras de ambos os conjuntos em relação a intensidade. Convenção: (F) forte; (m) médio; (mf) médio fraco; (f) fraco; (o) ombro; (-) não observado.

A partir destas análises é possível observar picos de absorção característicos para diferentes variações do carbonato de cálcio (CaCO_3). A calcita é verificada pelos picos em 2.512, 1.795, 1.410, 874, 849 e 713 cm^{-1} presentes em todas as amostras de ambos os conjuntos. A variação aragonita é identificada pelos picos característicos em 1.082 e 856 cm^{-1} e observada somente nas amostras do conjunto 2: SMA-2A, 2C e 2D, confirmando o observado pelas análises de DRX. A presença de pico de intensidade fraca em 746 cm^{-1} observado em especial na amostra SMA-1B pode indicar a presença da variação vaterita, não confirmada por DRX.

A presença de hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) encontrada somente no conjunto 1 de amostras é verificada pelos picos característicos em 1.090, 1.042, 964, 632, 603, 568 e 472 cm^{-1} . Já a forsterita (Mg_2SiO_4) identificada somente nas amostras do conjunto 2 não foi possível verificar sua presença nos espectros de infravermelho, provavelmente, pela baixa concentração deste mineral ou por este apresentar picos característicos em sobreposição às regiões características de argilominerais (caulinita) e carbonatos (calcita). Quanto a possível presença da forsterita, o que se observa é somente um alargamento da banda de absorção na região entre 900 a 1.150 cm^{-1} .

A caulinita ($\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$) é observada pelos picos de absorção característicos encontrados em 3.697, 3.624, 1.009, 914 cm^{-1} nos espectros obtidos para as amostras do conjunto 1, e também na amostra SMA-2C conforme as observações por DRX. A caulinita pode também estar presente nas demais amostras do conjunto 2, devido ao picos encontrados também em 3.697, 3.624, 1.009, 914 cm^{-1} além do pico em 1.032 cm^{-1} , mas não confirmadas pelas análises de DRX. Com relação à região entre 3.700 a 3.600 cm^{-1} esta possui picos de baixa intensidade de difícil identificação, que segundo a literatura, estão geralmente associados a estiramentos de ligações OH que indicam a presença de componentes argilosos. Quanto a dolomita $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, de acordo com Reig (2002), está relacionada a picos encontrados em 1.446, 881 e 730 cm^{-1} associados a rochas calcárias, o que não é possível afirmar a sua presença pelos espectros de infravermelho obtidos.

O agregado de quartzo é verificado pelos picos característicos em 1.165, 798 e 780 cm^{-1} em ambos os conjuntos de amostras. As menores intensidades de absorção observadas para estes picos foram para as amostras SMA-1C e SMA-2D, o que está de acordo com as análises de DRX, indicando que o pico em 1090 cm^{-1} é relativo a presença de hidroxiapatita no conjunto 1 e o ombro em 1082 relativo a presença de aragonita no conjunto 2.

Abaixo, a Figura 26 e a Figura 27 (região ampliada) comparam os espectros de infravermelho das amostras SMA-1B e SMA-2D a fim de evidenciar as diferenças e semelhanças entre os dois conjuntos de amostras. Na Figura 27 estão identificados os picos referentes aos compostos como calcita (+), quartzo (\$), aragonita (#) e hidroxiapatita (*), além da caulinita observada nas bandas de 1009 e 914 cm^{-1} e a possível presença de vaterita em 746 cm^{-1} . A escolha da amostra SMA-2D para comparação é devido por esta apresentar o menor teor de quartzo do conjunto 2, e a amostra SMA-1B por apresentar o maior conteúdo de hidroxiapatita do conjunto 1, conforme os resultados apresentados de DRX.

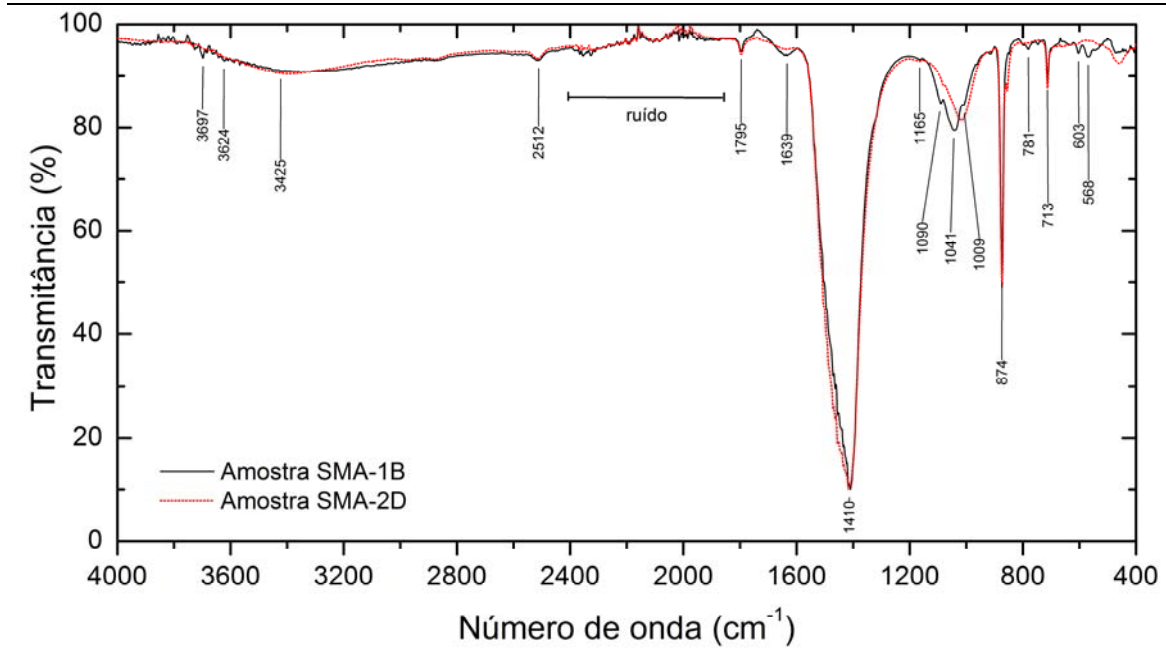


Figura 26. Espectros de infravermelho das amostras SMA-1B e SMA-2D, característicos do conjunto 1 e 2, com seus principais picos indicados.

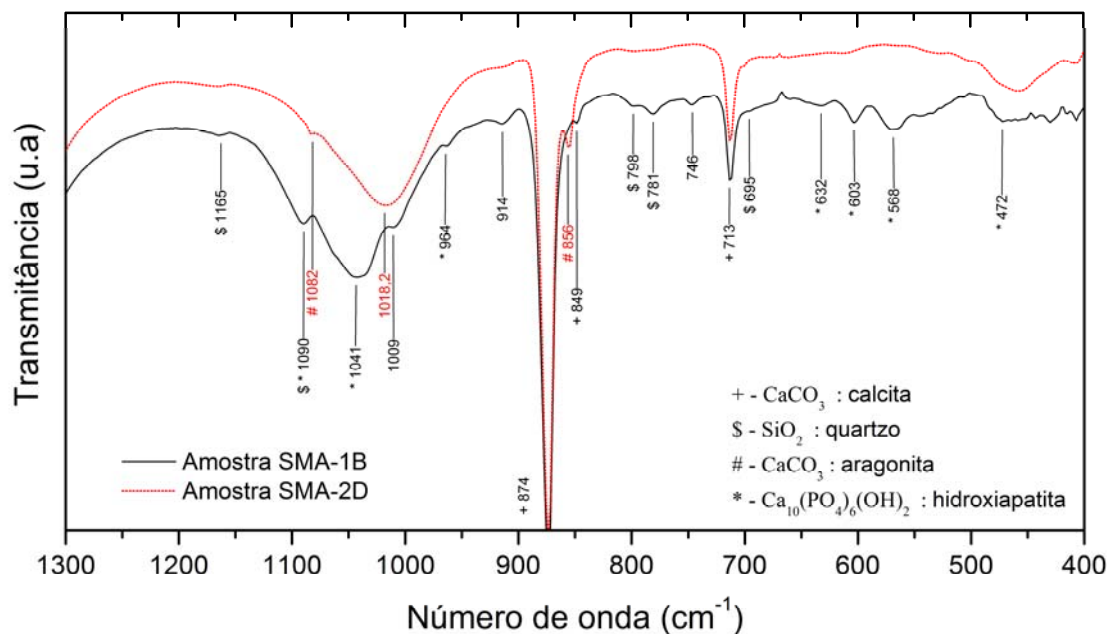


Figura 27. Espectros de infravermelho das amostras SMA-1B e SMA-2D, região ampliada indicando a presença de bandas características de: calcita, aragonita e hidroxiapatita.

Observa-se, portanto, pelos resultados das análises realizadas por meio da espectroscopia de infravermelho (ATR-FTIR), há confirmação, em praticamente

todos os minerais detectados, dos resultados obtidos por DRX comentados em 4.3.1.1.

4.3.2.3 Análise termogravimétrica (TG/DTG)

Por meio da análise termogravimétrica (TG/DTG) é possível observar as perdas de massa e os picos endotérmicos das amostras analisadas. A Figura 28 ilustra duas curvas particulares de TG e DTG para cada um dos conjuntos de amostras. A perda de massa observada no intervalo de 50 a 130°C está relacionada à água fisicamente adsorvida ao material (i.e. água higroscópica). Entre 360 a 500°C devido a perda de água intersticial (zeolítica) das argilas, ou à desidratação de Ca(OH)_2 (portlandita – não observada nas análises de DRX), e entre 600 a 900°C, a decomposição de CaCO_3 (calcita, aragonita ou vaterita). As curvas TG, a 900°C, mostram as perdas de massa totais, em %, e os voláteis: água, CO_2 e outros gases e ainda, eventual material carbonoso (complemento para 100%).

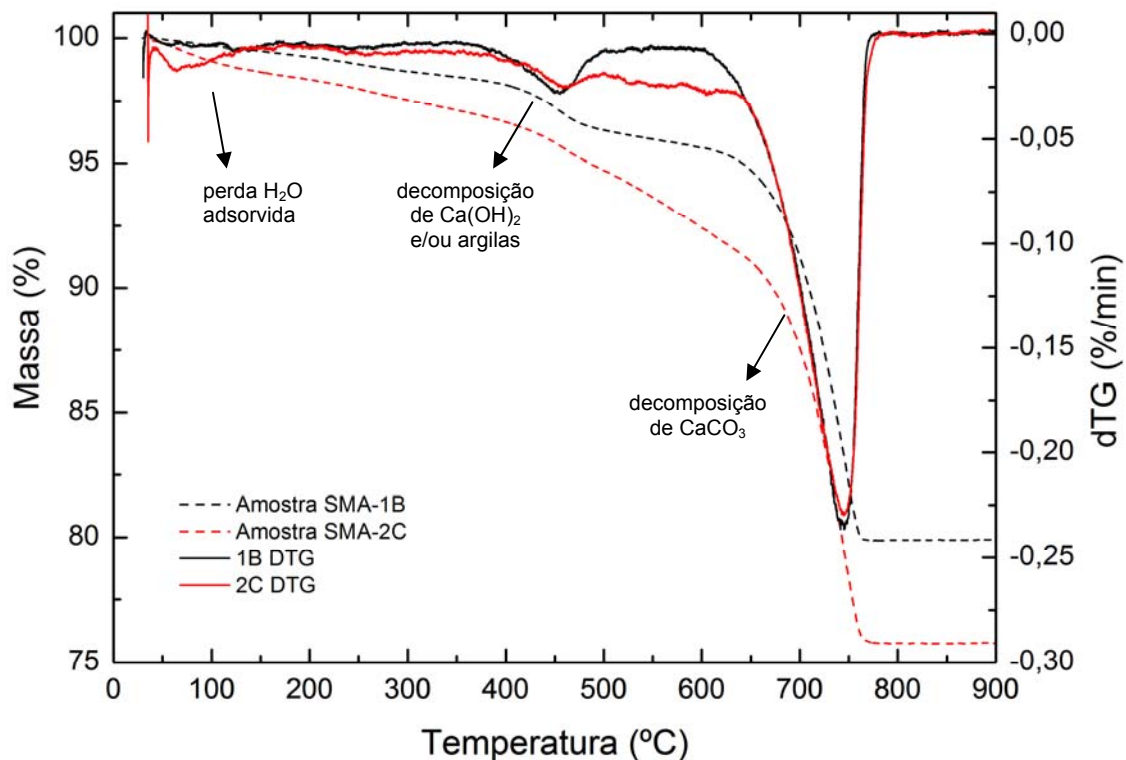


Figura 28 – Termogramas TG/DTG: amostras SMA-1B, e SMA-2C.

Na Figura 29 estão representadas as curvas de perda de massa obtidas para todas as amostras analisadas, e na sequência na Figura 30 as respectivas curvas de DTG.

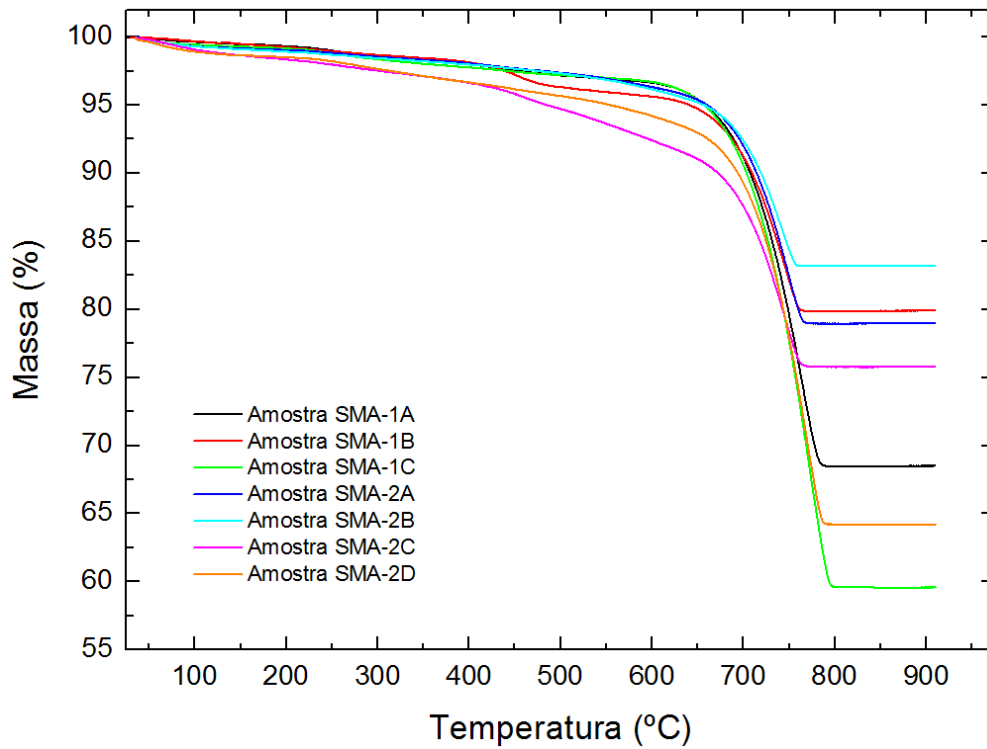


Figura 29 – Termogramas: curvas de perda de massa de todas as amostras.

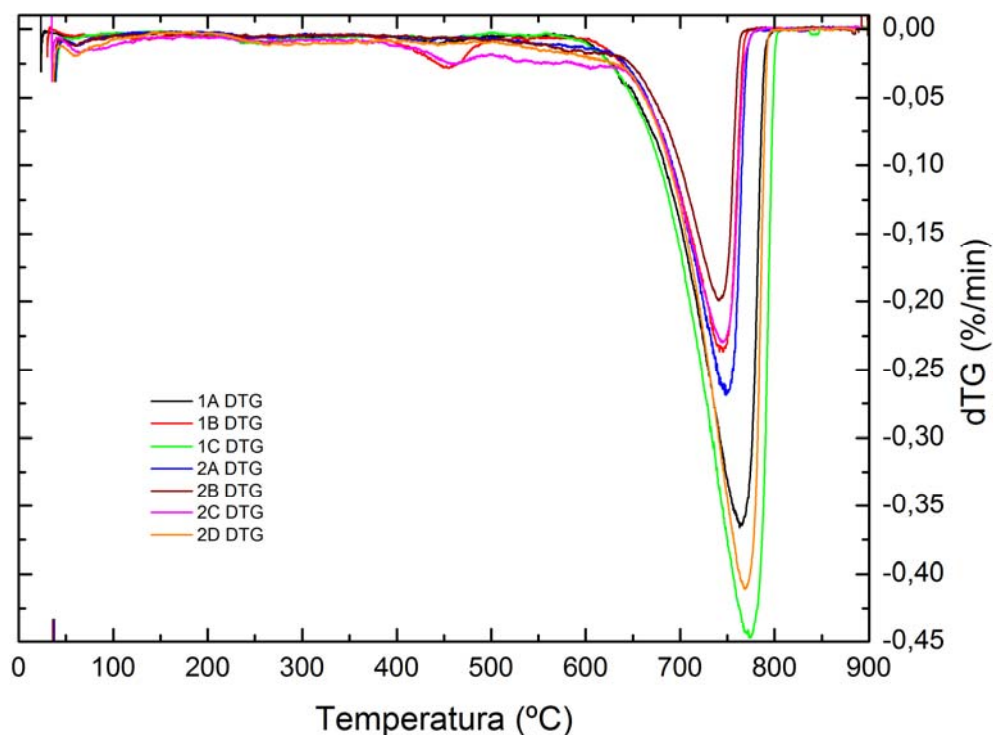


Figura 30 – Termogramas: curvas DTG para todas as amostras.

No Quadro 16 se apresenta a perda de massa percentual, por intervalo de temperatura, para todas as amostras obtidas por análise termogravimétrica (TG/DTG).

Amostra	50-130°C	T _{p1} °C	130-360°C	360-500°C	T _{p2} °C	500-600°C	600-900°C	T _{p3} °C	Resíduo
SMA-1A	0,5 %	-	1,2 %	1,1 %	444	0,4 %	28,4 %	760	68,5 %
SMA-1B	0,5 %	-	1,0 %	2,1 %	455	0,5 %	15,9 %	746	79,9 %
SMA-1C	0,7 %	-	1,3 %	0,8 %	-	0,3 %	37,4 %	767	59,6 %
SMA-2A	0,8 %	62	0,9 %	0,9 %	-	1,3 %	17,1 %	750	79,0 %
SMA-2B	0,9 %	61	0,9 %	0,9 %	-	1,5 %	12,6 %	741	83,2 %
SMA-2C	1,3 %	75	1,5 %	2,4 %	462	2,8 %	16,1 %	746	75,8 %
SMA-2D	1,3 %	60	1,5 %	1,5 %	451	1,9 %	29,6 %	764	64,2 %

T_p = temperatura de pico de reação observada.

Quadro 16 – Resultados de TG/DTG. Perda de massa por intervalo de temperatura, e temperatura de pico obtida por DTG para todas as amostras.

De acordo com Moropoulou et al (1995) e Bakolas et al (1998) a perda gradual de massa entre 200 a 600°C é atribuída a desidratação de água quimicamente ligada, indicando a presença de compostos hidráulicos no aglomerante como silicatos, aluminatos e aluminosilicatos de cálcio hidratados provenientes da reação da cal e alguns tipos de argilominerais, pozolanas ou pó de cerâmicas. Já a perda de massa próxima a temperatura de pico de 750°C indica a perda de CO₂ não advinda do carbonato de cálcio (CaCO₃) puro (queima entre 820 a 840°C), mas sim da presença da cal re-carbonatada, que inclui algum composto hidráulico.

Conforme apresentado no capítulo III seção 3.5.3, Moropoulou et al (2005), classificam as argamassas históricas de acordo com os níveis de hidraulicidade do material através da análise térmica, relacionando a perda de massa de CO₂ (ligada a carbonatos) e a da água (ligada a componentes hidráulicos). A classificação é baseada na razão entre os respectivos voláteis, e está resumida no Quadro 17 abaixo, onde são apresentados resultados típicos de análise termogravimétrica.

Tipo de argamassa	H ₂ O fisicamente adsorvida (%)	H ₂ O ligada a componentes hidráulicos (%)	CO ₂ (%)	CO ₂ /H ₂ O _{hid}
Cal típica	< 1	< 3	> 30	>10
Cal e portlandite inalterada	> 1	4 – 12	18 – 34	1,5 – 9
Cal hidráulica de calcinação de calcário e argila	~ 1	3 – 7	24 – 34	4 – 9
Cal e pozolana artificial	1 – 4	3 – 9	20 – 30	3 – 6
Cal e pozolana natural	4 – 5	5 – 14	10 – 20	< 3

Quadro 17 – Resultados de TG/DTG típicos para ligantes à base de cal de acordo com Moropoulou (2005) e Marques (2005).

É possível obter a porcentagem de carbonato de cálcio presente em cada amostra analisada, calculada pelo fator de conversão entre a perda de CO₂ devida ao CaCO₃, que é igual a 2,27. O fator de conversão é a razão entre as massas moleculares de CaCO₃/CO₂. O Quadro 18 resume os resultados de TG/DTG como seus respectivos voláteis, e apresenta os prováveis teores de carbonato de cálcio presentes em cada amostra, juntamente com a razão CO₂/H₂O_{hid}.

Amostras	% H ₂ O higroscópica	% H ₂ O hidráulica	% CO ₂	% CaCO ₃	CO ₂ /H ₂ O _{hid}
SMA-1A	0,5 %	2,7 %	28,4 %	64,4 %	10,7
SMA-1B	0,5 %	3,7 %	15,9 %	36,1 %	4,3
SMA-1C	0,7 %	2,4 %	37,4 %	84,8 %	15,7
SMA-2A	0,8 %	3,1 %	17,1 %	38,7 %	5,4
SMA-2B	0,9 %	3,3 %	12,6 %	28,7 %	3,9
SMA-2C	1,3 %	6,8 %	16,1 %	36,6 %	2,4
SMA-2D	1,3 %	4,9 %	29,6 %	67,1 %	6,0

Quadro 18. Tabela resumida de voláteis, teor de CaCO₃ em % e razão CO₂/H₂O_{hid} obtidos a partir da TG/DTG.

Com base nestes resultados, a Figura 31, apresenta a razão CO₂/H₂O_{hid} em relação à perda de %CO₂, juntamente com dados reportados por Moropoulou et al (2005). A razão CO₂/H₂O_{hid} basicamente expressa inversamente o caráter hidráulico de uma argamassa. Foram adicionados na figura os valores obtidos nesta dissertação.

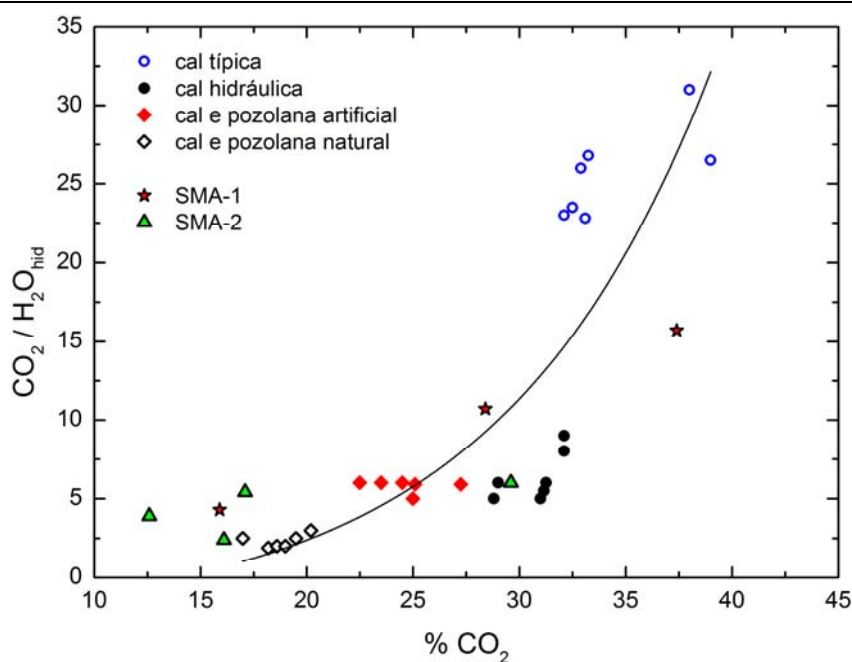


Figura 31 – Razão CO₂/H₂O_{hid} em relação à perda de %CO₂ para as amostras do conjunto 1 (SMA-1) e conjunto 2 (SMA-2), em comparação com dados e classificação da cal reportados por Moropoulou et al (2005).

Segundo Marques (2005), estes resultados obtidos devem ser sempre ponderados levando em conta os dados obtidos na análise dos agregados e nas observações microscópicas. Analisando-se os resultados a partir dos dados dos Quadros 17 e 18 e da Figura 31 observa-se que para o conjunto 1 (fachada externa) as relações $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}_{\text{hid}}$ são 10,7 e 15,7 para as amostras SMA-1A e SMA-1C, respectivamente, enquanto que para a SMA-1B a relação é 4,3. A julgar pelos valores das duas primeiras trata-se de uma cal típica e/ou mistura com cal hidráulica, enquanto que a terceira seria uma cal hidráulica de calcinação de calcário e argila ou, ainda, cal e pozolana artificial. O Quadro 5 mostra a posição onde essas amostras foram retiradas observando-se que são bastante próximas umas das outras, podendo-se presumir que o revestimento tenha sido realizado aproximadamente na mesma época, o que levaria a supor que as três amostras deveriam ser de cal com a mesma classificação, segundo Maropoulou et al. (2005). É possível que a cal da amostra SMA-1B tenha sofrido alguma contaminação localizada, como excrementos de animais, pela proximidade com a cimalha (friso) que ali pousam as aves, ou originada de uma intervenção realizada sem critério, sem autorização e sem ser documentada. Em todo caso, para todos os fins práticos e dadas as incertezas quantitativas que cercam a amostragem e elaboração dos ensaios, aliadas à observação das fotos constantes do Quadro 12 para as 3 amostras do conjunto 1, essas se mostram visual e morfologicamente muito semelhantes, podendo-se considerar para fins práticos que a cal utilizada nas argamassas da fachada norte é uma cal típica, com eventual mistura de cal hidráulica. Considerando-se que as amostras do conjunto 1 foram retiradas da fachada norte e sejam originárias, provavelmente, do período da construção original da Igreja (1735-1747), nesta época, segundo os relatos históricos ainda não tinham sido encontradas jazidas de calcário na região. Acredita-se, portanto, que essas cales sejam provenientes da trituração de ossadas de animais dado que foi constatada a presença de hidroxiapatita nos difratogramas das 3 amostras deste conjunto 1, conforme revela o Quadro 13.

Para o conjunto 2 (sacristia) as relações $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}_{\text{hid}}$ variam entre 2,4 para a amostra SMA-2C e 6,0 para a SMA-2D, o que leva a considerar essas argamassas terem sido confeccionadas com cal hidráulica de calcinação de calcário e argila ou de cal e pozolana artificial. As amostras SMA-2A e SMA-2D que apresentaram as maiores relações $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}_{\text{hid}}$ 5,4 e 6,0, respectivamente, estariam dentro do

intervalo da cal hidráulica, provavelmente cal e tabatinga, raciocínio que é reforçado pelas fotos das mesmas no Quadro 12, que apresentam coloração mais esbranquiçada. Igualmente para as amostras SMA-2B e SMA-2C cujas relações foram de 3,9 e 2,4, respectivamente, seriam argamassas com cal e pozolana artificial (argila e/ou tijolo moído), cujas fotos no mesmo Quadro 12 mostram similaridade com relação a uma tonalidade mais escura em relação às duas anteriores.

Conforme a análise histórica, as amostras da sacristia (conjunto 2) são originárias de período posterior a 1756, quando houve o incêndio nesse local e posterior restauro (1762-1768), época em que foram descobertas caleras na região (STELLO, 2005), supõem pelas evidências dos resultados obtidos por TG/DTG que essa cal seja proveniente destas jazidas. Constata-se que os teores de CaCO_3 calculados no Quadro 18 e relações $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}_{\text{hid}}$ são menores do que os do conjunto 1, revelando que essa cal é menos pura contendo argilas em sua composição, o que a classifica como cal hidráulica, conforme mostrado acima pelo estudo de Maropoulou et al. (2005).

Dentro das limitações de amostras, pelo tamanho pequeno e pouca quantidade, as classificações dos compostos acima juntamente com suas análises e resultados é bastante genérica embora embasada nos dados reais dos ensaios realizados, podendo-se afirmar que seriam as melhores aproximações possíveis para caracterizar as argamassas coletadas.

4.3.2.4 MEV-EDS

Uma observação inicial se faz necessária sobre os ensaios de MEV dada a sua singularidade e a pequena representatividade sobre uma amostra como um todo. Com efeito, Diamond (1986) enfatiza que, ao se realizar um ensaio em MEV num local de uma amostra com 1 cm^2 , com magnificação de 10.000x, obtém-se a amostragem de apenas 0,001% da superfície em estudo. Dada as proporções micro ou nanométricas das áreas em estudo, pequenos deslocamentos da sonda para a determinação do EDS podem resultar em dados distintos, para um mesmo local. Assim, os resultados dos ensaios em MEV-EDS tem que ser analisados e avaliados

com cuidado e, as análises e discussões serem consideradas como um indicativo qualitativo do que está sendo pesquisado.

Para efeito de análise, através da microscopia eletrônica de varredura por elétrons secundários, os resultados das micrografias foram divididos em faixas de ocorrência em relação à intensidade do pico máximo dos EDS observados em todas as amostras, em um sistema similar ao do Quadro 13 para os picos de DRX. Assim, o Quadro 19 resume as escalas de detecções dos EDS nos locais de todas as amostras ensaiadas, conforme mostram as micrografias das Figuras 32 a 34 para o conjunto 1 (fachada norte) e Figuras 35 a 38 para o conjunto 2 (sacristia).

Elemento químicos	Conjunto 1 (fachada Norte)			Conjunto 2 (Sacristia)				
	SMA-1A	SMA-1B	SMA-1C	SMA-2A	SMA-2B	SMA-2B'	SMA-2C	SMA-2D
Cálcio (Ca)	vtg	+	+++	+++	+	+++	+++	+++
Silício (Si)	++	vtg	vtg	vtg	++	vtg	++	vtg
Alumínio (Al)	++	vtg	vtg	vtg	+	vtg	vtg	vtg
Magnésio (Mg)	vtg	vtg	vtg	+	++	vtg	++	vtg
Oxigênio (O)	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg	-	-
Ferro (Fe)	-	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg	-
Potássio (K)	-	vtg	-	vtg	+	vtg	vtg	vtg
Sódio (Na)	-	-	-	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg
Fósforo (P)	-	-	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg	vtg

Quadro 19. Composição elemental das amostras por MEV-EDS e sua ocorrência.

Convenção: (+++) muito abundante; (++) abundante; (+) pouco abundante; (vtg) vestígios de presença; (?) possível presença; (-) não detectado

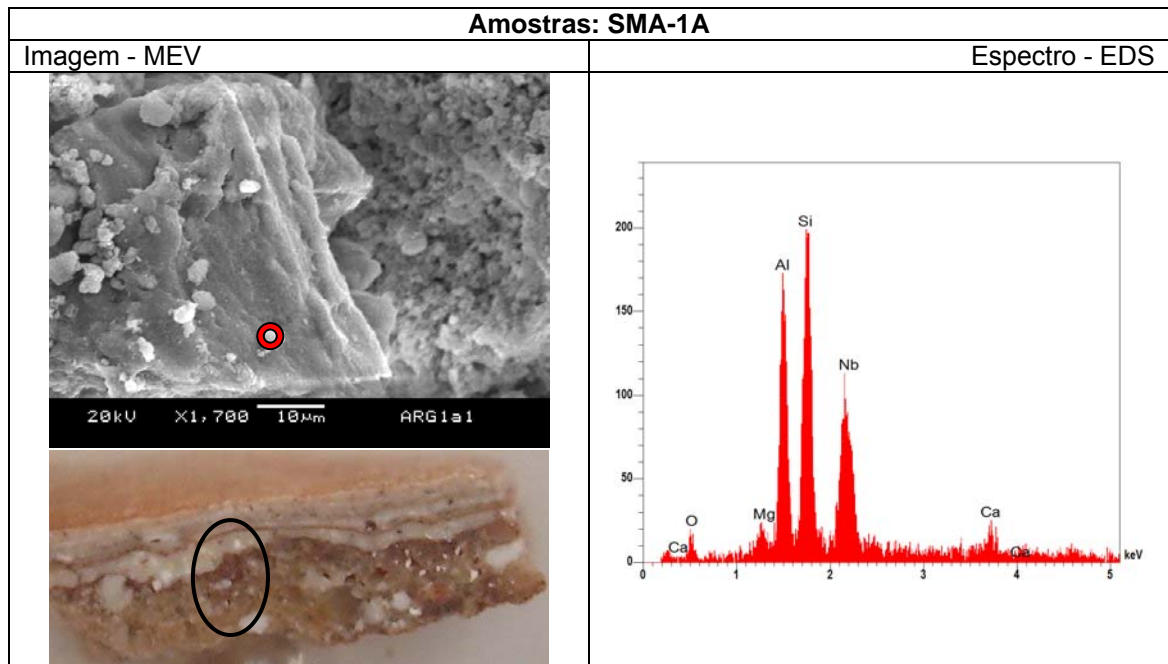


Figura 32. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1A. Ampliação 1.700x.

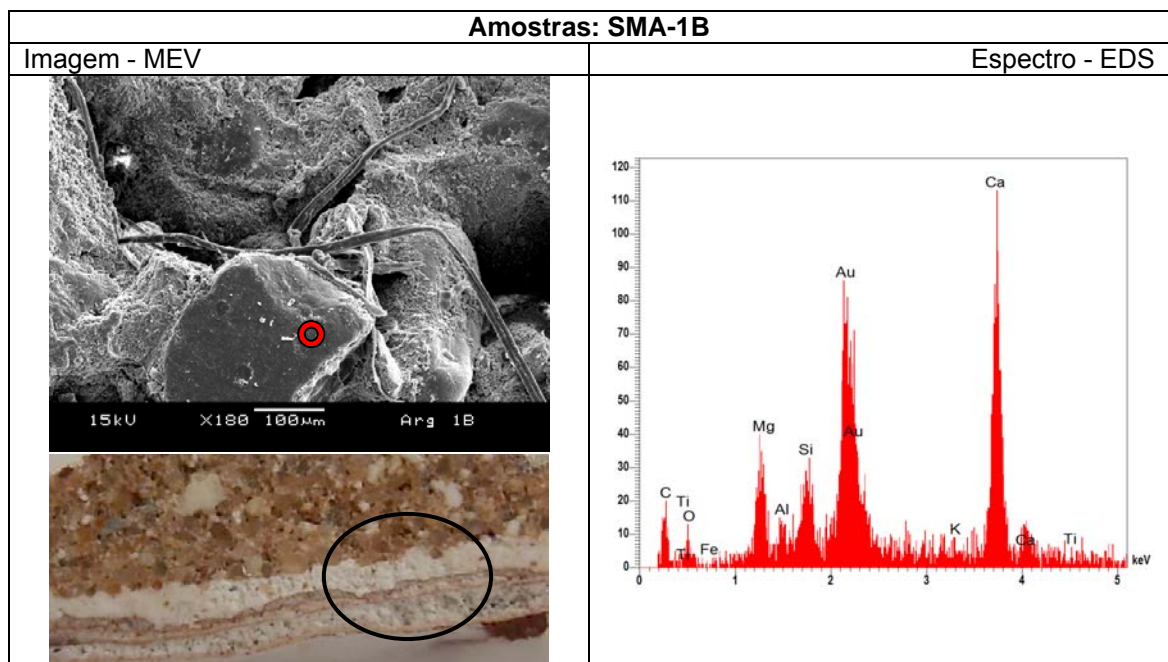


Figura 33. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1B. Ampliação 100x.

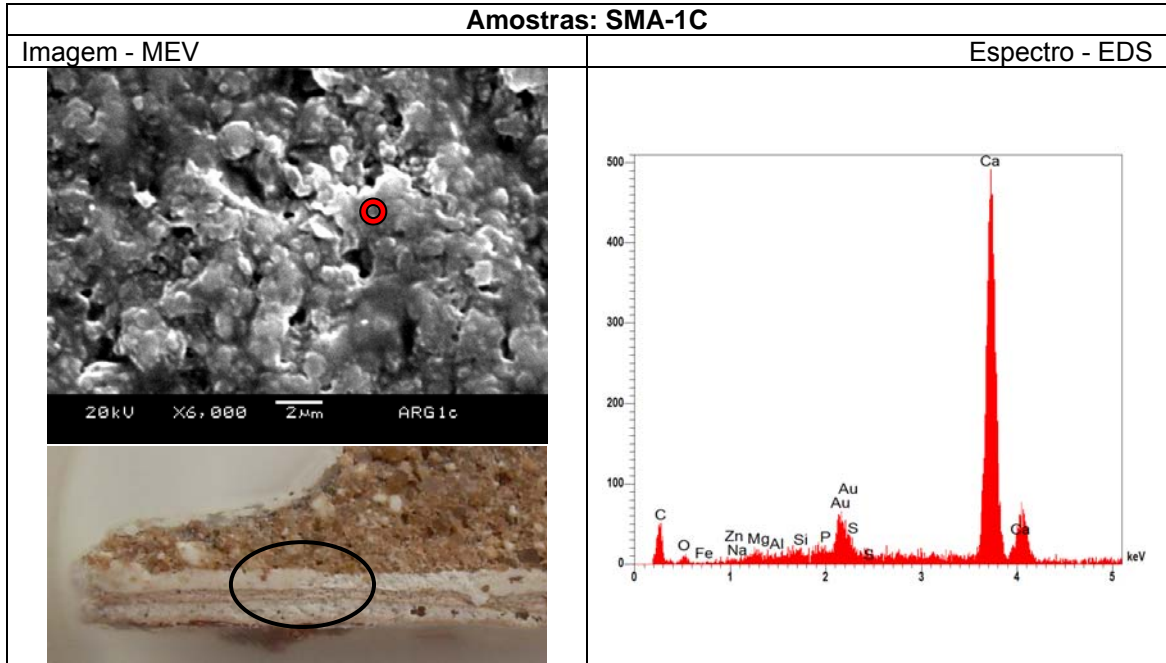


Figura 34. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-1C. Ampliação 6.000x

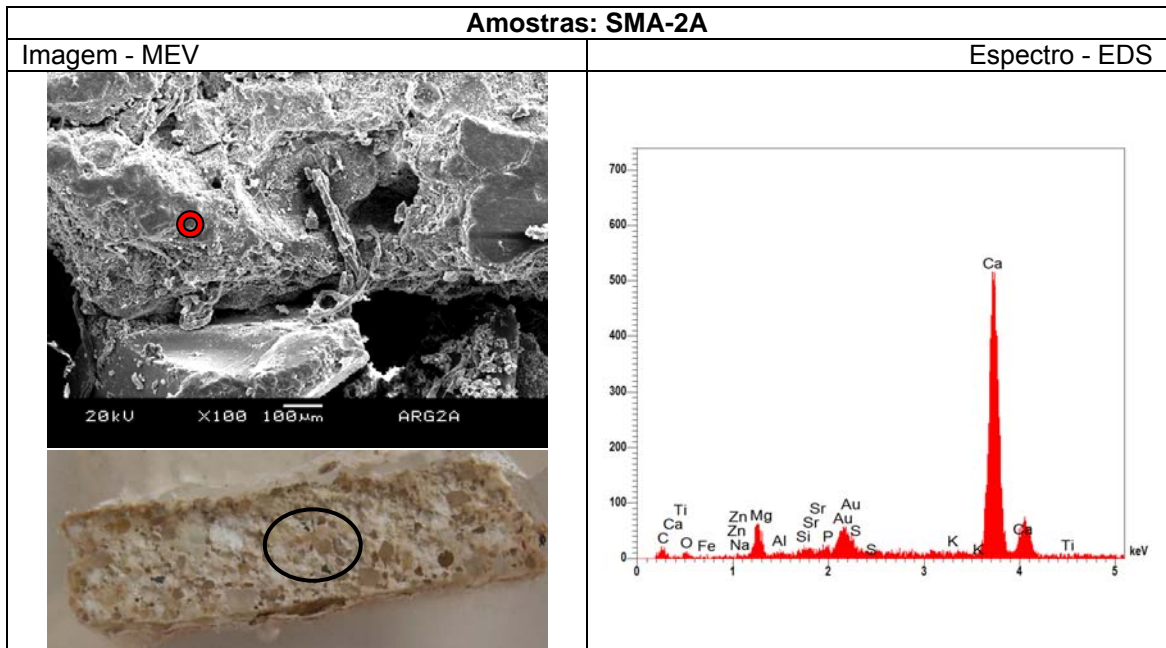


Figura 35. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2A. Ampliação 100x.

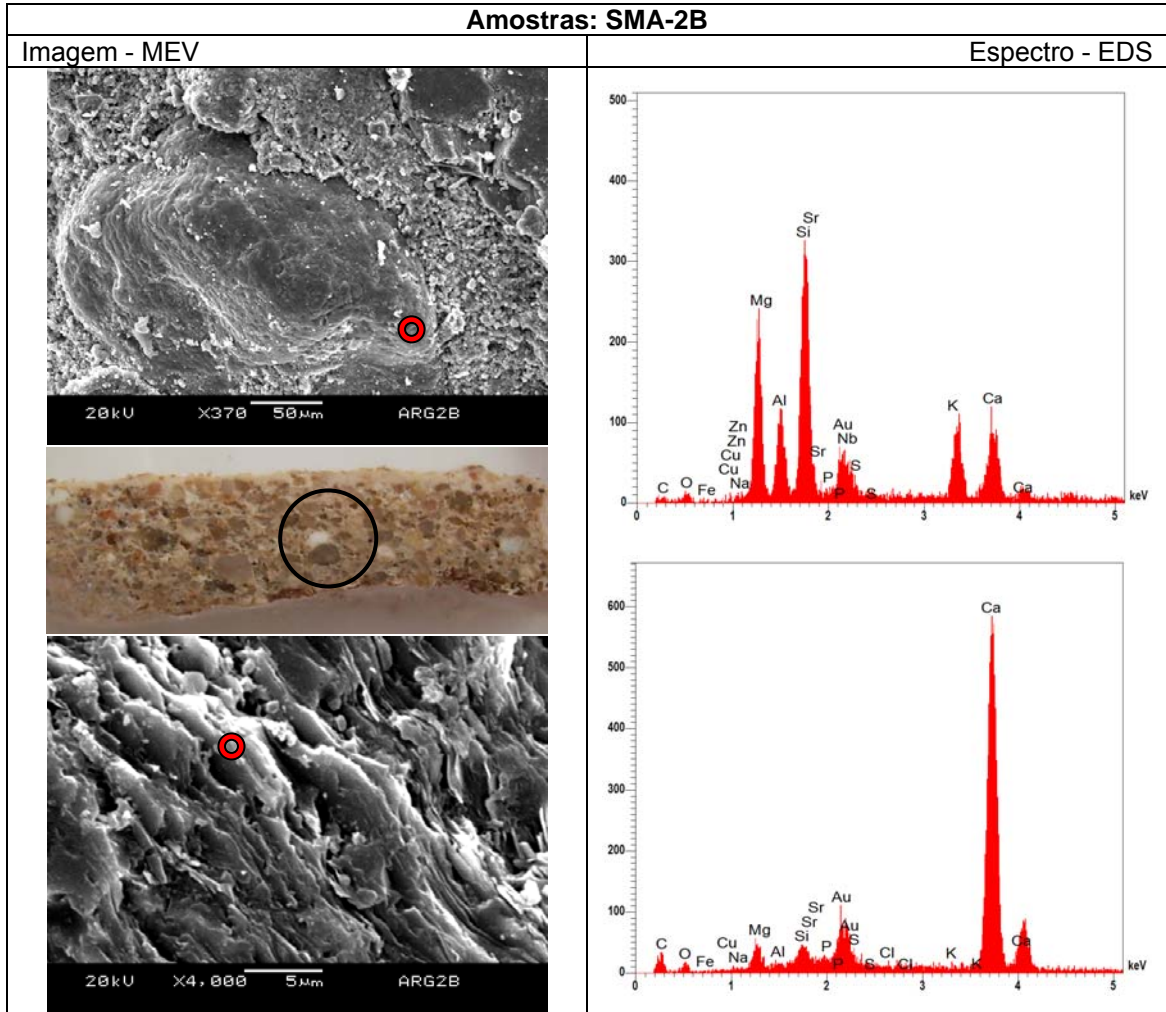


Figura 36. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2B. Ampliação 370x, e 4.000x respectivamente.

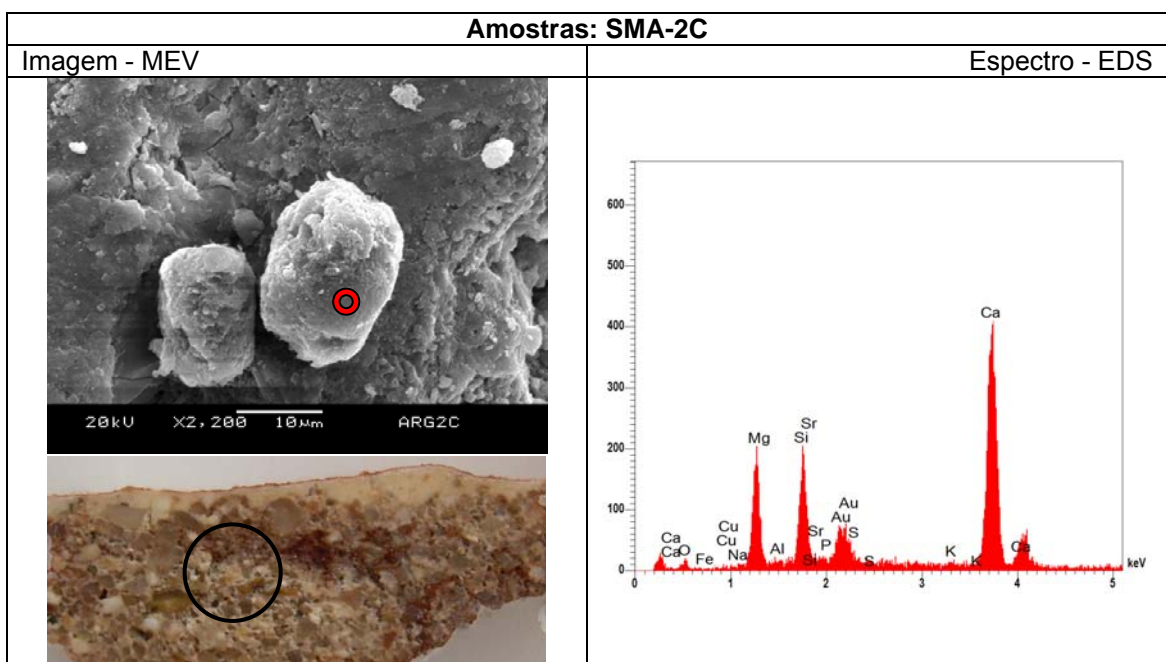


Figura 37. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2C. Ampliação 2.200x.

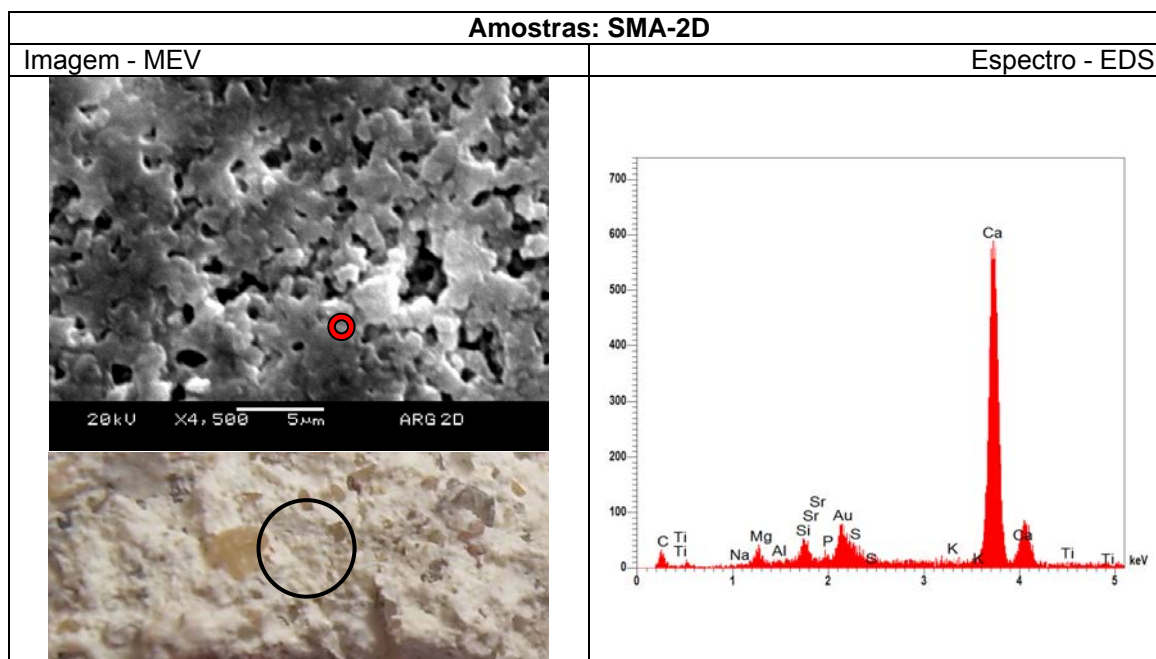


Figura 38. Micrografia da argamassa. Amostra SMA-2D. Ampliação 4.500x.

Para analisar os resultados das observações detectadas pelo MEV-EDS é importante ressaltar, como já abordado no início deste item, que se trata de uma técnica experimental que fornece, avaliação qualitativa pelos elementos químicos encontrados em cada um dos locais analisados, enquanto que os demais ensaios realizados, DRX, ATR-FTIR e Tg/DTG, forneceram os compostos encontrados nas amostras. A interação entre a primeira técnica com as demais serve para dar elementos adicionais, confirmar ou não os resultados encontrados por meio das mesmas.

Para o conjunto 1 (fachada norte), o Quadro 19 e Figuras 32 a 34 mostram a presença de cálcio com mais intensidade nas amostras SMA-1B e SMA-1C e vestígios na SMA-1A; assim como de silício e alumínio com mais evidência na SMA-1A e vestígios em SMA-1B e SMA-1C. Esses resultados ratificam as composições mineralógicas mostradas no Quadro 13 por DRX, Quadro 15 (ATR-FTIR), Quadro 18 e Figura 31 (TG/DTG), as quais mostraram a presença de calcita e caulinita confirmando que essas argamassas tenham sido confeccionadas com cal típica e/ou hidráulica, dada a presença de argila caulinítica nas argamassas. A presença de vestígios de Mg mostraria a presença fosterita – SiO_4Mg_2 - (apesar de não detectada por DRX neste conjunto) e, ainda, Fe que estaria associado a impurezas

da caulinita. Foi detectado fósforo (P) somente na amostra SMA-1C, enquanto que por DRX, Quadro 13, a hidroxiapatita (fosfato de cálcio) está presente em todas as amostras do conjunto 1, o que evidenciaria o uso de ossadas animais moídas para obtenção da cal das argamassas. A presença do fósforo somente em SMA-1C e não nas demais amostras do conjunto 1 deve-se ao caráter singular (localizado) dos pontos escolhidos para as amostras SMA-1A e SMA-1B no ensaio MEV-EDS. A micrografia SMA-1B mostra ainda a presença de fibra animal ou vegetal, conforme constatado visualmente por microscopia óptica no Quadro 11.

No conjunto 2 o cálcio aparece com picos maiores e mais nítidos do que no conjunto 1, confirmando os resultados apresentados no Quadro 18 e Figura 31, onde ficou evidente a presença de cal hidráulica, ou seja, cal associada com caulinita ou tabatinga, como também mostram os EDS de todas as amostras do conjunto 2 com picos de silício e alumínio associados ao cálcio. Também, nos quatro locais estudados deste conjunto ressalta-se a presença do magnésio em níveis mais altos que no conjunto 1, conforme também mostrou o Quadro 13, com a provável presença de forsterita (silicato de magnésio), provavelmente contida junto com o material argiloso utilizado nas argamassas. Esse magnésio também pode ter como origem a dolomita cuja possível presença foi mostrada no Quadro 13 no conjunto 2. Os vestígios de fósforo originário de hidroxiapatita não foram detectados por DRX no conjunto 2 embora o EDS tenha revelado sua presença em todas as amostras. Isto é um indicativo que o seu teor na mistura com a cal hidráulica ou de concha estaria em pequenas proporções, sendo de difícil detecção por DRX.

As evidências de picos maiores de cálcio (calcita, aragonita) detectados por EDS no conjunto 2, aliados também a maior constatação de magnésio (forsterita, dolomita) evidenciam que essas argamassas conteriam maior quantidade de aglomerante que as do conjunto 1 e, por consequência, maior resistência mecânica. Esta inferência é corroborada pela análise visual realizada por meio de microscopia óptica, conforme quadros 10 e 11, onde todas as amostras do conjunto 2 apresentaram maior resistências que as do conjunto 1.

O silício detectado em ambas os conjuntos, por meio de MEV-EDS são provenientes não somente da caulinita, como acima comentado, como também do quartzo (areias) que foi encontrado em todas as amostras, conforme mostrou o Quadro 13, na composição mineralógica por DRX.

Os vestígios de potássio que foram evidenciados no conjunto 2 poderiam ser originário do nitrato de potássio, conforme mencionado no comentário dos ensaios de DRX, com provável proveniência de fezes animais (morcegos). De um modo geral a técnica experimental de MEV-EDS confirmou praticamente todos os resultados obtidos anteriormente pelos demais ensaios, especialmente DRX e TG/DTG tratando-se, pois, de uma ferramenta qualitativa importante porque reproduziu, quase sempre, os dados das demais técnicas experimentais, sendo assim, sendo de muita valia para ratificar a caracterização das argamassa objetos desta dissertação.

4.3.2 Agregado

A composição mineralógica do agregado possui grande importância na sua relação com o aglomerante na formação da argamassa. Além da origem, a distribuição, forma e tamanho do grão também influenciam na argamassa, uma vez que, quando necessário o que se tenta recuperar em uma nova argamassa é a textura superficial e cor.

As análises visuais e exames em microscópio óptico das areias das amostras coletadas estão descritas no item 4.2 deste capítulo, sendo apresentados a seguir os resultados das características granulométricas das mesmas e suas prováveis procedências.

A análise granulométrica revelou que o agregado presente nos dois conjuntos de amostras apresenta, através de sua curva granulométrica – Figura 39, com características de distribuição de grãos predominantemente contínua, indicando um menor índice de vazios no material analisado, com prováveis finos de natureza argilosa. No anexo VI estão representados diagramas de distribuição granulométrica passante e retida para cada amostra analisada. Observa-se nessa figura que as curvas granulométricas dos dois conjuntos são praticamente paralelas, ou seja, apresentam aproximadamente a mesma distribuição de grãos e, ainda, formam dois grupos distintos: as curvas das amostras do conjunto 1 (fachada norte) são de gradação mais fina do que as do conjunto 2 (sacristia), menos fina.

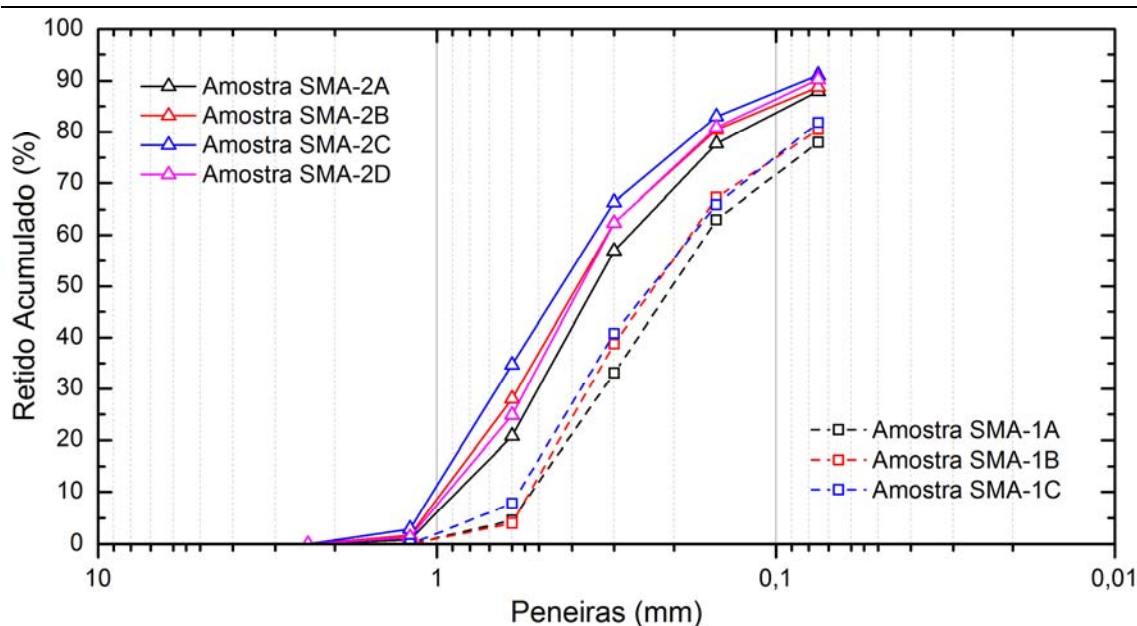


Figura 39. Curvas granulométricas do conjunto 1 e conjunto 2

O Quadro 20 resume os dados obtidos pela análise granulométrica: distribuição percentual retida acumulada da série normal de peneiras mais o fundo, módulo de finura e dimensão máxima característica. Nele é possível verificar que a maior parte dos agregados do conjunto 1 (SMA-1A, SMA-1B e SMA-1C) das amostras ficaram retidos nas peneiras 0,3 a 0,15 mm que, diferente das amostras do conjunto 2, apresentaram uma quantidade superior de finos retidos na peneira 0,075 mm. Já para amostras do conjunto 2 (SMA-2A, SMA-2B, SMA-2C e SMA-2D) observou-se que as peneiras 0,6 e 0,3 mm retiveram a maior parte dos grãos.

	SMA-1A	SMA-1B	SMA-1C	SMA-2A	SMA-2B	SMA-2C	SMA-2D
MF	1,01	1,10	1,15	1,56	1,73	1,87	1,69
DMáx - mm	0,6 mm	0,6 mm	0,6 mm	1,20 mm	1,20 mm	1,20 mm	1,20 mm
Peneiras mm	%Retida Acumulada						
1,2	0,00	0,00	0,00	0,80	1,68	2,90	1,27
0,6	4,53	3,99	7,81	20,80	28,06	34,71	24,89
0,3	33,08	38,80	40,82	56,90	62,40	66,38	62,32
0,15	62,99	67,23	65,91	77,70	80,40	83,02	80,87
0,075	77,92	80,44	81,80	88,00	88,80	91,10	90,32
< 0,075	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

MF: Módulo de Finura **DM:** Diâmetro Máximo do agregado **%RA:** % Retida Acumulada

Quadro 20: Análise granulométrica do conjunto 1 e conjunto 2

O módulo de finura médio das areias do conjunto 1 foi 1,09 (coeficiente de variação de 6%) e do conjunto 2 1,71 (coeficiente de variação 7,5%), mostrando que, as argamassas de ambos os conjuntos apresentam gradação granulométrica característica de areia fina. Os baixos coeficientes de variação dos MF de cada conjunto revelam que as amostras de cada um dos conjuntos, provavelmente, sejam provenientes de uma mesma jazida ou local. A dimensão máxima característica do agregado para as amostras do conjunto 1 é de 0,6 mm com textura superficial levemente lisa, e para o conjunto 2 é de 1,2 mm, com aspecto da textura superficial mais áspera.

As amostras das areias do conjunto 1 apresentam teor de (silte + argila) - grãos < 0,075 mm, em média, de 20% (coeficiente de variação de 5%) e, para o conjunto 2 de 10,5% (coeficiente de 13,5%) evidenciando que, provavelmente, são originárias de jazidas distintas.

Segundo o Mapa Exploratório de Solos do Estado do Rio Grande do sul, (IBGE Site), Figura 40, a região onde se encontra o município de São Miguel das Missões possui características de solo latossolo vermelho distroférico (82,15%), e neossolo (16,5%) e gleissolos (0,03%), de textura muito argilosa, relevo suave ondulado e composição do solo de silte (20%) e argila (80%), (COPTec, 2010)¹². Conforme, a EMBRAPA 2006, a fração da argila de um latossolo é composta de caulinita, óxido de ferro (goethita e hematita) e óxido de alumínio.

Pode-se concluir, com relação ao agregado, que em todas as amostras coletadas há a presença de uma quantidade predominante de agregado miúdo classificado como areia fina, de acordo com módulo de finura obtido. Além da predominância de areia de quartzo encontraram-se também no peneiramento frações de silte e argila, conforme constatado pelas técnicas de DRX e MEV-EDS, com provável origem de campo e ou rio, da bacia dos rios Butuí-Piratinim-Icamaquã, ao sul, ou da bacia do rio Ijuí (arroyo Urubucarú), ao norte, e de seus respectivos afluentes, próximos à Ruína. (Figura 41)

¹² COPTec, sociedade cooperativa de Prestação de Serviços Técnicos. 2010. <http://www.coptec.org.br/relatorios.html>

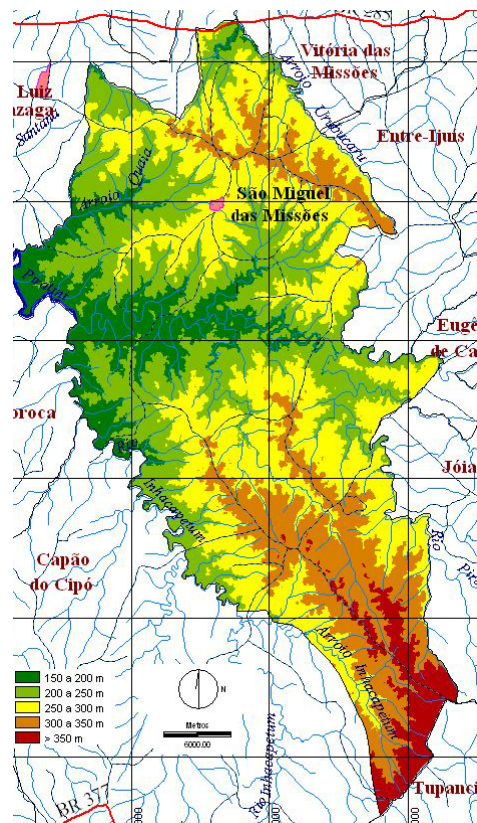
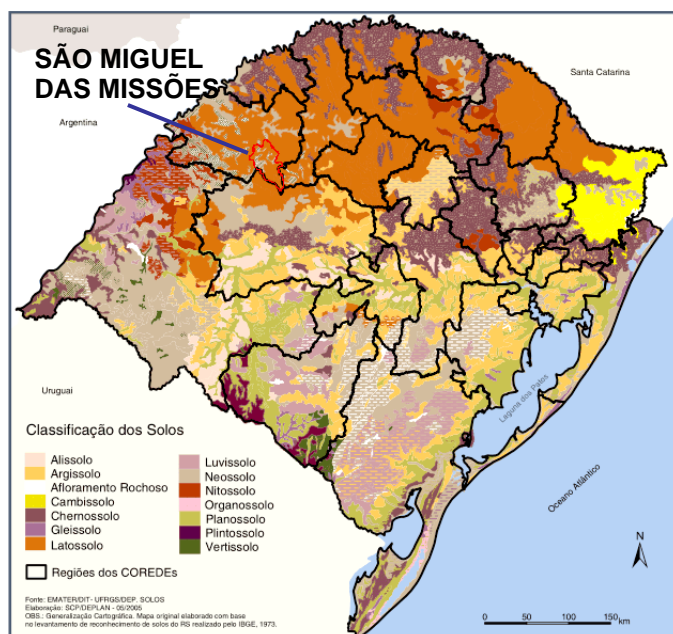


Figura 40

Figura 41

Figura 40. Mapa¹³ de solos do Rio Grande do Sul e localização geográfica do município de São Miguel das Missões. Fonte: http://www.scp.rs.gov.br/atlas/indice_mapas.asp?menu=331

Figura 41. Mapa do relevo de São Miguel das Missões mostrando as bacias hidrográficas dos rios Butuí-Piratinim-Icamaquã, ao sul, e do Rio Ijuí (Arroio Urubucaru), ao norte. Fonte: INCR¹⁴

¹³ Mapa Exploratório de Solos do Estado do Rio Grande do Sul. Sibcs (sistema Brasileiro de Classificação de Solos). http://www.ibge.gov.br/home/geociencias/default_prod.shtm#MAPAS (Site do IBGE, 2013). <http://www.cprm.gov.br/> (Serviço geológico do Brasil).

¹⁴ Plano de desenvolvimento do Assentamento Novo São Miguel, Município de São Miguel das Missões, RS. INCR – COPTec, 2010. <http://www.coptec.org.br/mapa/Sao%20Miguel%20das%20Missoes/Sao%20Miguel%20das%20Missoes/PE%20Novo%20S%20E3o%20Miguel/Relatorio%20Final/PRA%20PE%20NOVO%20S%20MIGUEL.pdf>

CAPÍTULO V

5 CONCLUSÕES

O trabalho desenvolvido nesta dissertação teve por objetivo estudar as características físico-químicas das argamassas das Ruínas de São Miguel Arcanjo, RS para observação da possível origem das cales utilizadas nos revestimentos, suas naturezas geológicas (mineral ou animal) e, ainda, caracterizar os aglomerantes e agregados encontrados para aprofundar os conhecimentos dos materiais utilizados na época das reduções jesuíticas.

Foi apresentada revisão bibliográfica sobre o contexto histórico da Redução Jesuítica de São Miguel Arcanjo/RS, e as técnicas de caracterização de materiais mais comumente utilizadas no estudo de restauro de argamassas históricas como Microscópio Óptica (MO), Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopia de Infravermelho por Refletância Total Atenuada (transformada de Fourier) (ATR-FTIR), Análise Termogravimétrica (TG) e Termogravimetria diferencial (DTG), Microscopia Eletrônica de Varredura com sonda de detecção por espectroscopia de energia dispersiva (MEV-EDS) e Análise Granulométrica dos agregados. Embora a Análise Química das argamassas (determinação das proporções aglomerantes/agregados) não ter sido realizada por motivo de preservação das amostras, fizeram parte do propósito de revisão das técnicas utilizadas na caracterização das argamassas antigas com o intuito de apresentar um conjunto mais completo dos métodos mais usuais para atingir o objetivo deste estudo.

Para a realização deste estudo foram recolhidos revestimentos de argamassas das Ruínas de São Miguel em dois locais de períodos distintos, segundo relato da literatura: o conjunto 1 de amostras da fachada norte da Igreja, provavelmente da época do período da construção original (1735-1747) e o conjunto 2 da sacristia, após o incêndio de 1756 e de sua reconstrução (1762-1768).

A partir de os objetivos geral e específicos expostos na Introdução e das técnicas e ensaios experimentais descritos no Capítulo III, e dos resultados apresentados e discutidos no Capítulo IV, são apresentadas a seguir as principais conclusões fundamentadas nas evidências constatadas nas análises e discussões do capítulo anterior.

As análises visuais e os exames em microscópio óptico constataram que as amostras do Conjunto 1 possuíam boa aderência ao substrato, porém desagregavam-se ao toque após a extração, ou seja, com baixa resistência mecânica, possuindo 5 camadas de acabamento e apresentavam ainda no emboço fibras de origem animal e vegetal. As amostras do conjunto 2, por sua vez, eram compostas de 1 a 2 camadas, com poucos vazios e resistência à desagregação de moderada a forte, sendo que somente a amostra SMA-2A mostrava a presença de fibras animais.

Estas análises revelaram que o agregado presente nas argamassas apresentaram grãos de angulosos a subarredondados, com arestas arredondadas ou angulosas. As análises granulométricas revelaram que todas as amostras continham areia fina, com módulos de finura médios de 1,09 para o conjunto 1 e de 1,71 para o conjunto 2, com dimensões máximas características de 0,6 mm e 1,2 mm, respectivamente. Em vista da alta finura das areias o teor de (silte + argila) foram elevados, 20% para o conjunto 1 e 10,5% para o 2. Esses valores mostram que essas areias sejam oriundas de jazidas distintas, seja de campo ou rio, desde que a região é recortada por vários arroios que deságuam em duas bacias: rios Butuí-Piratinim-Icamaquã ao sul da Ruína e arroio Urubucarú pertencente à bacia do rio Ijuí, ao norte.

Os dados obtidos por meio das técnicas de DRX, ATR-FTIR, TG/DTG e MEV-EDS mostraram um conjunto de resultados bastante coerentes entre si, apesar de as especificidades de cada uma delas. Para melhor clareza, a síntese das conclusões obtidas são apresentadas individualmente para cada um dos conjuntos (locais) onde foram amostradas as argamassas.

No **conjunto 1** (fachada norte) as análises de DRX e ATR demonstraram a presença de calcita, quartzo (areia), caulinita e hidroxiapatita. A partir dos resultados de TG/DTG encontrou-se teores de CaCO_3 entre 36,1 e 84,6%, evidenciando a presença de cal típica com eventual mistura de cal hidráulica, devido a presença da caulinita. A constatação da hidroxiapatita (fosfato de cálcio) revelou a mistura de ossos de animais moídos como fonte suplementar de cal, apesar deste composto praticamente não ter sido detectado nos ensaios de MEV-EDS (vestígios somente na amostra SMA-1C), provavelmente devido a peculiaridade pontual desta técnica experimental.

No **conjunto 2** (sacristia) foram detectados calcita, quartzo, aragonita, forsterita, vestígios de caulinita e possível presença de dolomita, nitrato de potássio, diopside e magnetita, por meio de DRX e ATR. Os resultados de TG/DTG mostraram teores de CaCO_3 variáveis entre 28,7% e 67,1%, valores inferiores ao do conjunto 1. A calcita, aragonita e dolomita revelam que se trata de uma cal hidráulica de origem cálcica e magnésiana, com a inclusão de material de meteorização como a forsterita, ferro e diopside. Não foi detectado hidroxiapatita pelas técnicas anteriores, apesar de que por MEV-EDS ter sido encontrados vestígios de fósforo em todas as amostras sugerindo a presença de fosfato de cálcio, típica deste composto. Provavelmente devido a baixa concentração deste composto nas amostras deste conjunto, não tenham sido detectados por DRX e ATR.

Com as técnicas utilizadas de caracterização das argamassas das ruínas de São Miguel Arcanjo foi possível comprovar o uso de argamassa de natureza calcítica, como também a presença de hidroxiapatita no conjunto 1 (fachada norte) e aragonita no conjunto 2 (sacristia).

A hidroxiapatita encontrada nas amostras SMA-1A, SMA-1B e SMA-1C, embora não comprovada sua origem, é uma hipótese a ser considerada por misturas ou contaminação através de ossos triturados de animais ou humanos ou até mesmo dentes, rica fonte de cálcio. De acordo com o histórico do monumento, existe probabilidade do carbonato de cálcio ser, na variação da aragonita, originado da carapaça do caramujo (molusco), semelhante à *Physa* sp (DE PAULA, 2006).

Embora a região na qual se encontra o monumento apresentar calcieiras para extração de cal, pode-se com base nos resultados inferir que o material aglomerante é de natureza calcítica, e não dolomítica, ao menos para o conjunto 1, uma vez que, de acordo com levantamento das jazidas de calcário do Rio Grande do Sul, na sua maioria são de natureza dolomítica. A presença de magnésio (na forma de forsterita) aparece na maioria das amostras do conjunto 2, e o agregado de quartzo (silicioso) ocorre na maioria das amostras. A caulinita identificada na análise de DRX sugere uma contaminação do substrato, pois o tijolo formador da base era de argila local. Com as imagens obtidas por MEV e EDS, constatou-se a presença de fibras orgânicas em ambos os conjuntos de amostras e o ligante rico em cálcio.

Enfim as características determinadas nas argamassas de revestimento revelam parâmetros distintos entre os dois conjuntos analisados, devido ao intervalo

de tempo decorrido entre os dois locais onde foram amostradas: fachada norte (período da construção original) e sacristia (restauro após o incêndio). Deste modo, na primeira, a cal é mais calcítica e em maior quantidade de CaCO_3 , provavelmente originadas pelo uso de ossos triturados; enquanto que, na segunda, a cal é hidráulica, com maior teor de impurezas e menor teor de carbonato de cálcio, provavelmente de caleras próximas a região, descobertas a partir de 1756 e de conchas de caramujo.

Assim, uma rotina de análise e a utilização de técnicas de caracterização que, em conjunto, fornecem respostas para conhecer os materiais e misturas utilizadas no passado, são importantes para a preservação e conhecimento da história e do patrimônio.

CAPÍTULO VI

6 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Considerando a importância deste monumento para toda a região sul, Brasil, e por ser inscrito como Bem de Patrimônio da Humanidade, toda a pesquisa que envolve a preservação e memória (seja da história ou dos remanescentes da redução de São Miguel Arcanjo), garante para gerações futuras conhecimento e demonstra a relevância sobre este assunto.

Este trabalho visou complementar e agregar conhecimento para futuras intervenções e instigar novas pesquisas na área como:

1. Análise e caracterização dos materiais utilizados nos demais remanescente das reduções do Paraguai, Argentina e Uruguai;
 2. Realizar as mesmas técnicas de caracterização nas argamassas ainda originais, das demais ruínas que formam os sete povos das missões localizadas no Estado do Rio Grande do Sul.
 3. Resgatar documentação das demais reduções dos Sete Povos/RS, sobre aspecto dos materiais de construção;
 4. Obtenção de amostras com maior massa das Ruínas de São Miguel, se possível, para a realização das análises químicas completas das argamassas e a reconstituição do traço, em cada local de amostragem, conforme proposto neste trabalho.
-

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT. NBR 248. Agregados - determinação da composição granulométrica.** Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT. NBR 7211. Agregados para concreto - Especificação.** Rio de Janeiro, 2009

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT. NBR 6453. Cal virgem para construção civil - Requisitos.** Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT. NBR 7389-1. Agregados - Análise petrográfica de agregado para concreto. Parte 1: Agregado miúdo.** Rio de Janeiro, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT. NBR 13529. Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas.** Rio de Janeiro, 1995.

ADRIANO, P.; SILVA, A. Santos , ***Caracterização de argamassas antigas da Igreja de Santa Maria de Évora – Sé Catedral de Évora.*** Relatório LNEC 59/06-NMM, 2006, 86 pp.

ADRIANO, P.; SILVA, A. S; VEIGA, R.; CANDEIAS, A.; MIRÃO, J., **Determinação da Composição de Argamassas Antigas.** *2.º Congresso Nacional de Argamassas de Construção*, Feira Internacional de Lisboa, Novembro de 2007.

AKOLEKAR, Deepak; Chaffee, Alan; Howe, Russell F. **The transformation of kaolin to low-silica X zeolite**, *Zeolites*, V.19, pag. 359-365. 1997.

ANDERSEN, Flemming; Brečević, Ljerka. **Infrared spectra of amorphous and crystalline calcium carbonate**, Acta Chemical Scandinavica, V. 45, pag. 1018-1024. 1991.

BISCONTIN, Guido; Birelli, Marta Pellizon; Zendri, Elisabetta. **Characterization of binders employed in the manufacture of Venetian historical mortars**. Journal of Cultural Heritage. V.3, pag 31-37. 2002.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. **Apostila de Introdução a Difração de raios X em Cristais**. UFC, 2000.

BOUGEARD, Daniel; Smirnov, Konstantin S.; Geidel, Ekkehard. **Vibrational Spectra and Structure of Kaolinite: A Computer Simulation Study**. The Journal of Physical Chemistry B, V. 104, pag. 9210 - 9217. 2000.

BRANDI, Cesare. **Teoria da Restauração**. São Paulo, Ateliê Editorial, 2004.

BUSANICHE, Hermán. **La Arquitectura em las misiones jesuíticas guaranies**. Santa Fé: Editorial Santa Fé, 1955.

CALLISTER, W. D. Jr. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais: uma abordagem integrada**. Rio de Janeiro, LTC, 2006.

CANDEIAS, A.E., Nogueira, P., Mirão, J., Santos Silva, A., Veiga, R., Gil Casal, M., Ribeiro, I., Seruya, A.I. **Characterization of ancient mortars: present methodology and future perspectives**. Ext. Abs. of CERC3 Workshop on Chemistry in the Conservation of Cultural Heritage, EU-ARTECH, 2006. (disponível em http://www.eu-artech.org/files/Ext_ab/candeias.pdf).

CANDEIAS, A. E. et al. **Characterization of ancient mortars: present methodology and future perspectives**. Disponível em: http://conservarcal.lnec.pt/portuguese/outras_publicacoes.html. Acesso em: 02 set. 2008.

CANDEIAS, A. E., Silva A. S., Pais A. C., Nogueira P. M. **Caracterização de Argamassas do Conjunto Monumental do Castelo de Viana do Alentejo**. Conservar Património, ARP nº 1, pp 21- 32. 2005.

CARASEK, H. e CASCUDO, O. **Técnicas auxiliares no diagnóstico de manifestações patológicas e na restauração das argamassas de revestimento**. In: IV CONGRESSO IBEROAMERICANO DE PATOLOGIA DAS CONSTRUÇÕES, Porto Alegre, 1997. Anais. p. 615-21.

CARASEK, H. **Argamassa**. In: Isaia, G. C. (Org.). **Materiais de Construção e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: IBRACON, v. 2, cap 26, p. 863-903, 2007.

CARNEIRO, Arnaldo Manoel Pereira; CINCOTTO, Maria Alba, **Dosagem de Argamassas através de Curvas Granulométricas**. 1999, SP. Boletim Técnico USP.

CARVALHO, Marcilio Dias de. **Correlação das microestruturas de amostras de dolomitas do quadrilátero ferrífero, MG com as temperaturas iniciais de hidratação das dolomitas**. Tese Doutorado. UFMG. 2005

CAVACO, Luís; VEIGA, M. Rosário. **Render Application techniques for ancient buildings**. Proceedings 2nd International Symposium on Building Pathology, Durability and Rehabilitation. Lisboa, LNEC, Novembro 2003.

CEDROLA, M., Gallegos D., Feld, L. y Marte, F. **Análisis de los morteros utilizados en la obra mural. “ejercicio plástico” por David Alfaro Siqueiros**. 1er. Congreso Iberoamericano y VIII Jornada “Técnicas de Restauración y Conservación del Patrimonio”. 2009 – La Plata, Buenos Aires, Argentina

CHENGYU W., Yang X., Yalan L., Jian L., **Synthesis and characterization of lamellar aragonite with hydrophobic property**. Materials Science and Engineering: C, V.29, pag 843-846. 2009.

CINCOTTO, M. A. **Patologia das argamassas de revestimento: análise e recomendações**. São Paulo: Instituto de Pesquisas Tecnológicas, 1989 (Boletim Técnico).

CINCOTTO, M.A., QUARCIONI, V.A. e JOHN, V.M. **Cal na Construção Civil**. Materiais de construção civil e Princípios da Ciência e Engenharia de Materiais ed. G.C.Isaia – São Paulo: IBRACON, 2007. 2v.

CRUZ, T.; SANTOS, A. S., **Caracterização de argamassas da Igreja de Nossa Sr.^a da Assunção (Elvas) e do castelo da Amieira do Tejo (Nisa)**, Relatório LNEC 215/06-NMM, p. 113, 2006.

CRUZ, H.; GONZALEZ, C.; JUÁREZ A.; HERRERA, M.; JUAREZ J. **Quantification of the microconstituents formed during solidification by the Newton thermal analysis method**. Journal of Materials Processing Technology, v 178, n 1-3, p. 128-134, 2006.

CURY, Isabelle. **Cartas Patrimoniais**. Rio de Janeiro: IPHAN, 3° ed. 2004.

CUSTÓDIO, Luiz Antônio Bolcato. **A redução de São Miguel Arcanjo: contribuição ao Estudo da Tipologia Urbana Missioneira**. Dissertação Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2002. 199p.

CUSTÓDIO, Luiz Antônio Bolcato . **Caderno de História - Missões Jesuíticas - Arquitetura e Urbanismo**. 21. ed. Porto Alegre: Memorial do Rio Grande do Sul, 2006. v. 2000. 30p

DAL MOLIN, Denise Carpena. **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciências e Engenharia de Materiais**. ed. G. C. Isaia – São Paulo: IBRACON, 2007.

DELPHIM, C.F.M. **Manual de Intervenção em Jardins Históricos**. São Paulo: EDUSP, 1999.

DE PAULA, S. M. **Uma Abordagem de parâmetros da biomineralização em um sistema constituído por carbonato de cálcio**. Tese Doutorado – Instituto de Física, Universidade de São Paulo, USP, 2006.

DIAMOND, S. The microstructure of cement paste in concrete. In: International Congress on the Chemistry of Cement, 8th, Rio de Janeiro, 1986. **Proceedings**. Rio de Janeiro, 1986, v. 1, p. 122-147.

DUBAJ, E. **Estudo Comparativo entre Traços de Argamassa de Revestimento Utilizada em Porto Alegre**. Dissertação Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2000. 102p.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 2.ed. Rio de Janeiro, 2006. 306p. <http://www.cnps.embrapa.br/sibcs/>

FIORITO, A. J. S. I. **Manual de Argamassas e Revestimentos: Estudos e Procedimentos de Execução**. São Paulo. PINI, 1994.

FRIOLO, Kin Hong; Stuart, Barbara; Ray, Abhi. **Characterisation of weathering of Sydney sandstones in heritage buildings**. Journal of Cultural Heritage, V. 4, pag. 211-220. 2003.

GENOVEZ, Sarita Carneiro. **Análise estratigráfica: uma contribuição ao projeto de restauro**. Dissertação de Mestrado – FAUUSP. SP. 2012. 210p.

GONÇALVES, Margarete R. F., OLIVEIRA, Mário M.. **Characterization of surfacing on exteriors and identification of pathologies: San Francisco de Paula Cathedral**, Pelotas, Rio Grande do Sul, Brazil. Materiales de Construcción. Vol. 59, 295, 91-99. 2009.

GUIMARÃES, J. E. P. **A Cal: Fundamentos e Aplicações na Engenharia Civil**, 2° ed. São Paulo, PINI, 2002.

GUTIERREZ, Ramón. **As Missões Jesuíticas dos Guaranis**. Ed. UNESCO, 1982.

GOMES, Adailton de Oliveira. **Influência dos Argilominerais Nas Propriedades Das Argamassas De Revestimento Em Salvador: Uma Contribuição À Qualidade Ambiental**. Dissertação, UFBA, 2000.

HELENE, Paulo R. L.; LEVY, Salomon M. **Recuperação de Fachadas Mercado Municipal de São Paulo**. *Téchne. Revista de Tecnologia da Construção*, PINI, São Paulo, Oct., v. 5, n. 30, p. 46-49, 1997.

HUGHES, Trevor L.; Methven, Claire M.; Jones, Timothy G.J.; Pelham, Sarah E.; Fletcher, Philip; Hall, Christopher. **Determining cement composition by Fourier transform infrared spectroscopy**. *Advanced Cement Based Materials*, V. 2, pag. 91-104. 1995.

ISAIA, G. C. **Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciências e Engenharia de Materiais**. São Paulo, IBRACON, 2007. v.1 e v.2.

JEDRZEJEWSKA, H., 1960. **Old Mortars in Poland: A New Method of Investigation**, *Studies in Conservation*, Vol. 5, nº 4, pp. 132-138.

JIANG, Ming-qin; Wang, Qing-ping; Jin, Xiao-ying; Chen, Zu-liang. **Removal of Pb(II) from aqueous solution using modified and unmodified kaolinite clay**. *Journal of Hazardous Materials*, V. 170, pag. 332-339. 2009.

KANAN, M. I. C.. **Manual de Conservação e Intervenção em Argamassas e Revestimentos á Base de Cal**. Cadernos Técnicos 8. IPHAN/Programa Monumenta, Brasília, 2008

KUHL. B. M. **O Tratamento das Superfícies Arquitetônicas com Problema Teórico da Restauração**. *An. mus. paul.* 2004, vol.12, n.1, pp. 309-330.

LEVINTON, Norberto. **La Arquitectura Jesuítico-Guarani**. 1° ed. Editorial SB, Buenos Aires, 2008

LEAL, Fernando Machado. **São Miguel das Missões – estudo de estabilização e conservação das ruínas da igreja**. Revista no IPHAN, nº 19, Rio de Janeiro, 1984.

LIMA, R. M. F.; LUZ, J. A. M. **Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes**. Rev. Esc. Minas vol.54 no.2 Ouro Preto. 2001.

LUZINOVA, Yuliya; Dobbs, Gary T.; Lapham, Laura; Chanton, Jeffrey P.; Mizaikoff, Boris. **Detection of cold seep derived authigenic carbonates with infrared spectroscopy**, Marine Chemistry, V.5, pag. 8-18. 2011.

MARQUES, S. M. F. **Estudo de Argamassas de Reabilitação de Edifícios Antigos**. 2005. 148f. Dissertação Mestrado – Universidade de Aveiro, Portugal.

MARTINEZ-RAMIREZ S., Sanchez-Cortes, S., Garcia-Ramos J.V., Domingo C., Fortes C., Blanco-Varela M.T., **Micro-Raman spectroscopy applied to depth profiles of carbonates formed in lime mortar**, Cement and Concrete Research, V. 33, pag. 2063-2068. 2003.

MASCARELLO, Sônia N.P.R. **Arquitetura Brasileira: elementos, materiais e técnicas construtivas**. São Leopoldo: UNISINOS, 1982. il. 107 p.

MATTOS, Ludmila Ribeiro da Silva de. **Identificação e Caracterização das Argamassas para Revestimento Externo Utilizada na Cidade de Belém - PA**. 2001. 146f. Dissertação Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

MOROPOULO, A.; Bakolas, A.; Anagnostopoulou, S. **Composite Materials in Ancient Structures**. 2004. Cement e Concrete Composites. ISSN 0958-9465. 2005, vol. 27, nº2, pp. 295-300 [6 page(s) (article)]

MOROPOULOU, A., Bakolas, A., Bisbikou, K., **Investigation of the technology of historic mortars.** Journal of Cultural Heritage 1 (2000) 45–58. 1999.

MOROPOULOU, A., Bakolas, A., Bisbikou, K., **Characterization of ancient, byzantine and later mortars by thermal and X-ray diffraction techniques.** Thermochemica Acta, 269/270, p. 779-795. 1995.

MOTTA, E. V. **Caracterização de Argamassas de Edificações Históricas de Santa Catarina.** 2004, 114f. Dissertação Mestrado – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

MUNSELL, **Soil color carts,** Macbeth Division of Kollmorgen Instruments Corporation, 1994, New York: USA, p. 1-50.

NASCIMENTO, C. B. do; Oliveira, M. C. B. de; Quarcioni, V. A.; Katinsky, J. R. Silva, H.A.A. **Método de Caracterização de Argamassas Históricas: Proposição e Estudos de Caso.** 1er. Congreso Iberoamericano y VIII Jornada “Técnicas de Restauración y Conservación del Patrimonio” 2009 – La Plata, Buenos Aires, Argentina

OLIVEIRA, Mário Mendonça de. **Curso de Especialização em Conservação e Restauração de Monumentos e Conjuntos Históricos – XIV CECRE.** Faculdade de Arquitetura da Universidade Federal da Bahia - UFBA (APOSTILA ANOTAÇÃO DE AULA) 2006.

PANALYTICAL – *Programa X’Pert HighScore* versão 1.0, database JCPDS-ICDD.

PAAMA, Lilli; Pitkanen, Ilkka; Ronkkomaki, Hannu; Peramaki, Paavo. **Thermal and infrared spectroscopic characterization of historical mortars.** Thermochemica Acta. V. 320, pag 127-133. 1998.

PAVIA, Donald L. et al, **Introdução a Espectroscopia.** 4º edição. São Paulo, Cengage Learning, 2010.

PORTO, Aurélio. **Historia das Missões Orientais do Uruguai**. Porto Alegre: Selbach, 1954. 2v.

POSSER, N. D. **Proporcionamento de Argamassas para Reboco de Recuperação**. 180f. Dissertação Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2004.

QUARCIONI, V. A. **Reconstituição de Traço de Argamassas: Atualização do Método IPT**. 1998, 188f. Dissertação de Mestrado, USP, São Paulo.

RECENA, Fernando Antonio Piazza. **Conhecendo a Argamassa**. Porto Alegre, EDIPUCRS - PUC RS, 2007. 192p

REHMAN, I; Bonfield, W. **Characterization of hydroxyapatite and carbonated apatite by photo acoustic FTIR spectroscopy**. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, V.9, pag. 1-4. 1997.

REIG, F. Bosch; Adelantado, J.V.G.; Moreno, M.C.M.M. **FTIR quantitative analysis of calcium carbonate (calcite) and silica (quartz) mixtures using the constant ratio method. Application to geological samples**. Talanta. V.58, pag. 811-821. 2002.

RIBEIRO, N. P. **Técnicas construtivas tradicionais das alvenarias no Brasil**. In: Marcia Braga. (Org.). **Conservação e restauro: Arquitetura brasileira**. 1ed. Rio de Janeiro: Editora Rio, 2003, v. 1, p. 51-84.

RODRIGUES, Maria P. S. F. F. **Argamassa de Revestimento para Alvenarias Antigas: Contribuição para o estudo da influencia dos ligantes**. Tese Doutorado. Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, 2004.

SAIKIA N.J., Bharali D.J., Sengupta P., Bordoloi D., Goswamee R.L., Saikia P.C., Borthakur P.C., **Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam, India**. Applied Clay Science, V. 24, pag. 93-103. 2013.

SANTIAGO, Cybèle Celestino. **O estudo dos materiais de construção em textos antigos para apoiar a conservação/restauração**. ANAIS DO XI CONGRESSO DA ABRACOR - RIO DE JANEIRO - RJ 2002

SANTOS, A. Rita; VEIGA, M. do Rosário. **Argamassas compatíveis para edifícios antigos**. Jornadas LNEC. Engenharia para a sociedade: investigação e inovação. LNEC. Lisboa. 2012.

SAWITZKI, Roberto Luiz. **O estudo da adição da mucilagem de cactos às argamassas no município de Piratini - Rio Grande do Sul**. ARC. Revista Brasileira de Arqueometria Restauração Conservação. Edição Especial, Nº 1. Editora AERPA. Olinda. 2006

SHVARZMAN, A.; Kovler, K.; Grader, G.S; Shter, G.E. **The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite**. Cement and Concrete Research, V. 33, pag. 405-416. 2003

SIDDIQUE, Rafat; Klaus, Juvas. **Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: A review**, Applied Clay Science, V. 43, pag. 392-400. 2009.

SILVERSTEIN, R. M.; Webster, F. X., **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 6 ed., Rio de Janeiro – RJ: LTC – Livros Técnicos e Científicos S. A., 2000.

SCHUEREMANS, Luc. Cizer, Ozlem; Janssens, Elke; Serre, Gerty; Balen, Koenrad Van. **Characterization of repair mortars for the assessment of their compatibility in restoration projects: Research and practice**. Construction and Building Materials. V.25, pag 4338-4350. 2011.

STELLO, Vladimir Fernando. **Sítio Arqueológico de São Miguel Arcanjo: Avaliação Conceitual das Intervenções 1925-1927 e 1938-1940**. 2005. 177f. Dissertação Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

TAVANGARIAN, F.; Emadi, R.; Shafyei A. **Influence of mechanical activation and thermal treatment time on nanoparticle forsterite formation mechanism.** Powder Technology. V. 198, pag. 412–416. 2010.

TEUTONICO, Jean Marie. **A laboratory manual for architectural conservators.** Roma: ICCROM, 1988.

VASCONCELLOS, Sylvio de. **Arquitetura no Brasil: Sistemas Construtivos.** 5 ed. Belo Horizonte/MG. 1979.

VEIGA, M.R., Aguiar, J., SANTOS, Silva. A., CARVALHO, F. **Methodologies for characterisation and repair of mortars of ancient buildings.** Proceedings of the 3rd International Seminar on Historical Constructions, Guimarães, 2001, 353-362.

VEIGA, M. Rosário – **As argamassas na conservação.** In Actas das 1^{as} Jornadas de Engenharia Civil da Universidade de Aveiro. Avaliação e Reabilitação das Construções existentes. Aveiro, 26 de Novembro de 2003.
Conferência convidada. Coleção Comunicações, COM 103, LNEC, Lisboa 2003.

VEIGA, M. Rosário – **Argamassas para revestimento de paredes de edifícios antigos. Características e campo de aplicação de algumas formulações correntes.** Atas do 3^o ENCORE, Encontro sobre Conservação e Reabilitação de Edifícios. Lisboa, LNEC, Maio de 2003.

ZENG, Yuyao; Zhang, Bingjian; Liang, Xiaolin. **A case study and mechanism investigation of typical mortars used on ancient architecture in China.** Thermochemica Acta, V. 473, Pag. 1-6. 2008.

ANEXOS

ANEXO - I. Autorização de retirada do material para estudo e pesquisa desta dissertação.

Pedido de Autorização para Retirada de Amostras

A 12ª Superintendência do Iphan no Rio Grande do Sul - IPHAN-RS

Responsável: **Ana Lúcia Goelzer Meira**

Escritório Técnico I – São Miguel das Missões

Responsável: **Candice Ballester**

Pela presente solicito autorização para retirada das amostras de argamassa da Ruína de São Miguel Arcanjo, em São Miguel das Missões, RS, para poder dar seguimento no trabalho de dissertação de mestrado pela Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), sob orientação do professor Dr. Geraldo Cechella Isaia.

Serão retiradas de 2 (duas) amostras de argamassa de revestimento e 2 (duas) amostras de argamassa de assentamento, esse ponto será analisado no momento da coleta, conforme o material encontrado. Procura-se argamassas originais que serão indicadas pelo responsável do Escritório Técnico I – Missões.

Todo o procedimento será acompanhado pelo profissional do mesmo escritório.

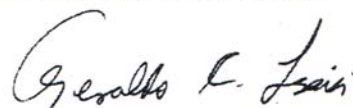
Agradecendo antecipadamente a atenção, aproveito a oportunidade para subscrever-me.

Atenciosamente



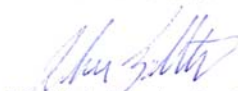
Paula Nader Rodrigues

Arquiteta especialista em Conservação e Restauração de Conjuntos e Monumentos Históricos CECRE/UFBA.



Dr. Geraldo Cechella Isaia

Professor Orientador



Escritório Técnico I – São Miguel das Missões

Responsável: **Candice Ballester**

Candice S. Ballester
 Chefe do Escritório Técnico I - Missões
 Iphan no Rio Grande do Sul
 SIAPE 154348 1

Figura 42. Documento de autorização de retirada das amostras da Ruína de São Miguel Arcanjo

ANEXO - II. Procedimento de reconstituição de traço pelo IPT/SP.

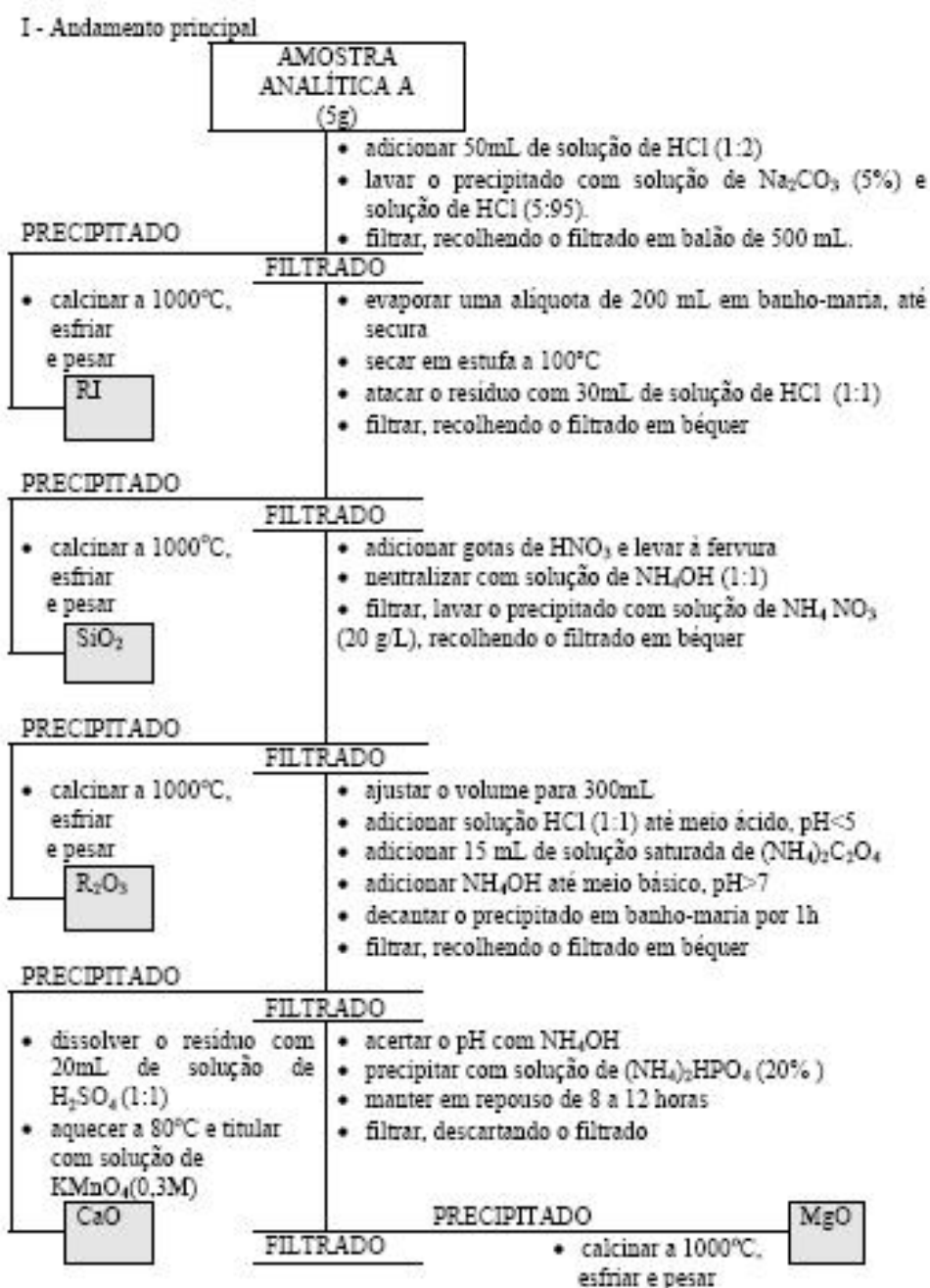


Figura 43. Fluxograma do método de análise química para argamassa utilizado pelo IPT/SP.

Fonte: BT/PCC/207 Reconstituição de Traço de Argamassas: Atualização do Método IPT.

QUARCIONI, V. A.; CINCOTTO, M. A. 27 p. 1998.

ANEXO - III. Ficha de Descrição do procedimento para análise de argamassa

MORTAR ANALYSIS: DATA SHEET

Name _____ Sample N° _____

Date _____ Origin of sample _____

Visual description of sample (color, texture, hardness, inclusions, etc.): _____

Mortar Analysis:Original weight of powdered sample (W_1) = _____Weight of filter paper (W_2) = _____Weight of filter paper + dry fines (W_3) = _____Weight of dry fines ($W_3 - W_2$) = _____Weight of dry sand (W_4) = _____% of sand ($(W_4/W_1) \times 100$) = _____% of fines ($(W_3 - W_2)/W_1 \times 100$) = _____

% of dissolved binder = _____

Observations: dissolution of binder, color of liquid: _____

Characterization of Sand:

Microscopic Examination	% Finer than	
_____	4.75 mm	_____
_____	2.36 mm	_____
_____	1.18 mm	_____
_____	600 μm	_____
_____	300 μm	_____
_____	150 μm	_____
_____	75 μm	_____
_____	53 μm	_____
_____	38 μm	_____

Figura 44 Ficha de Descrição do procedimento para análise de argamassa. Fonte: TEUTONICO, 1988, pag.116.

ANEXO - IV. Mapa de localização das regiões com jazidas de calcário Dolomítico encontrado na Região Sul.

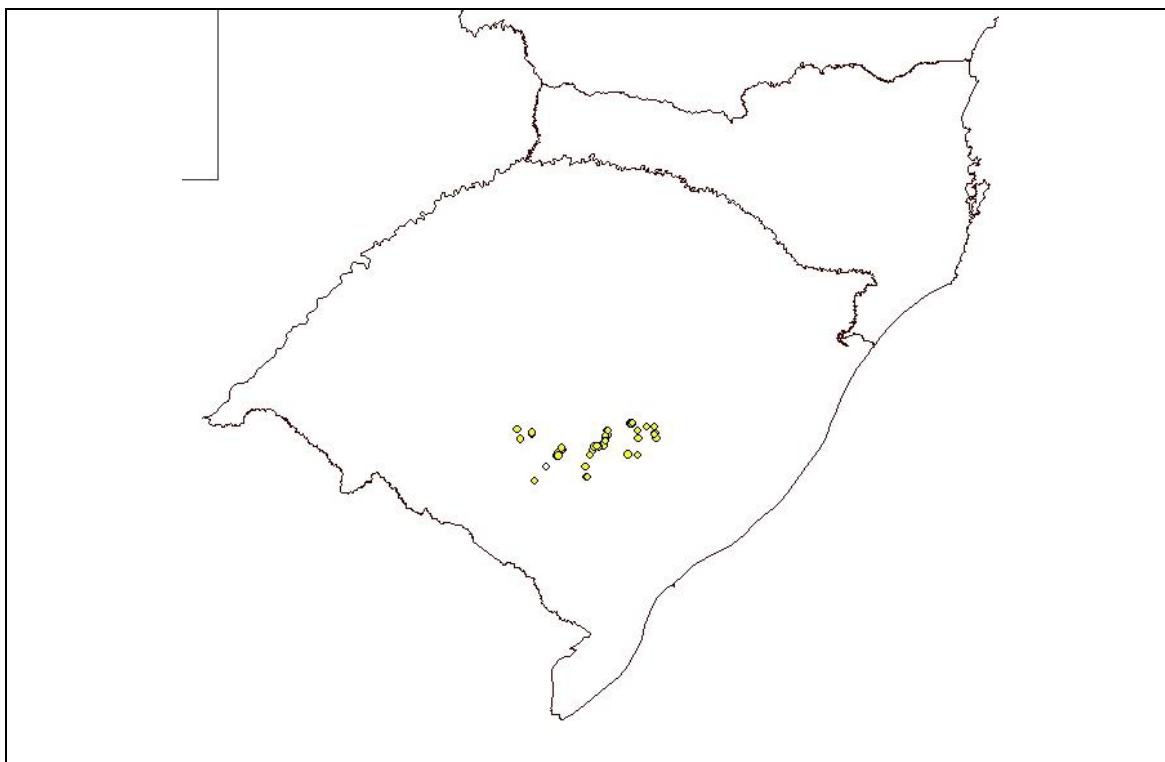


Figura 45. Mapa de localização das regiões com jazidas de calcário Dolomítico encontrado na Região Sul. Fonte: <http://www.scp.rs.gov.br/atlas>

ANEXO - V: Diagramas de Difração de raios X

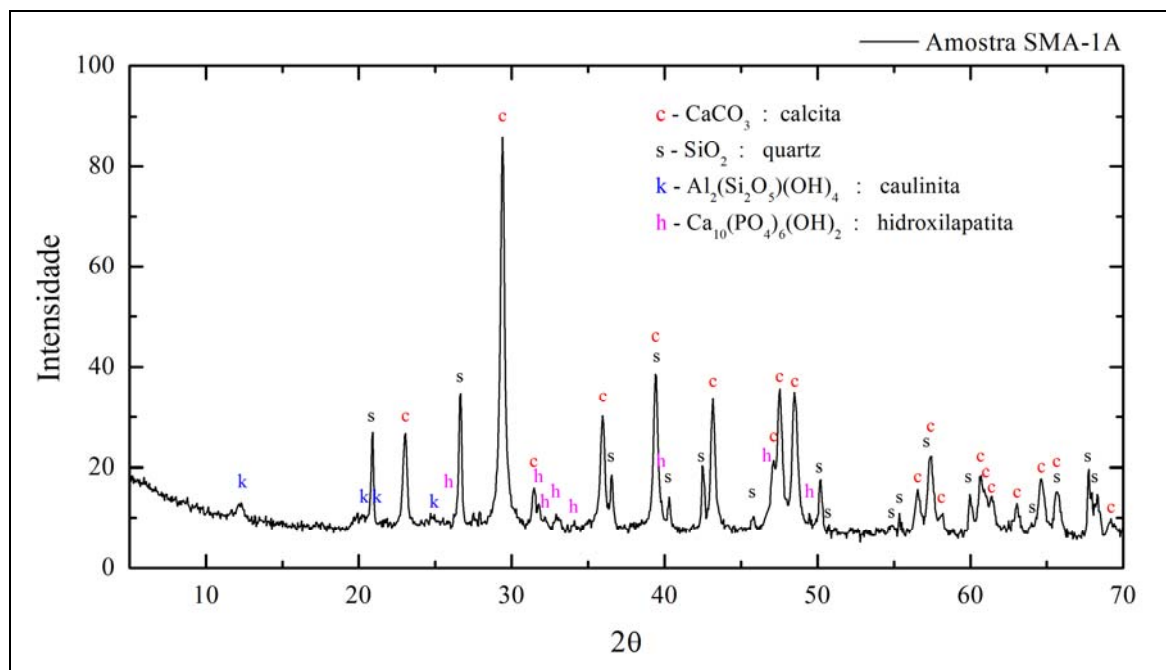
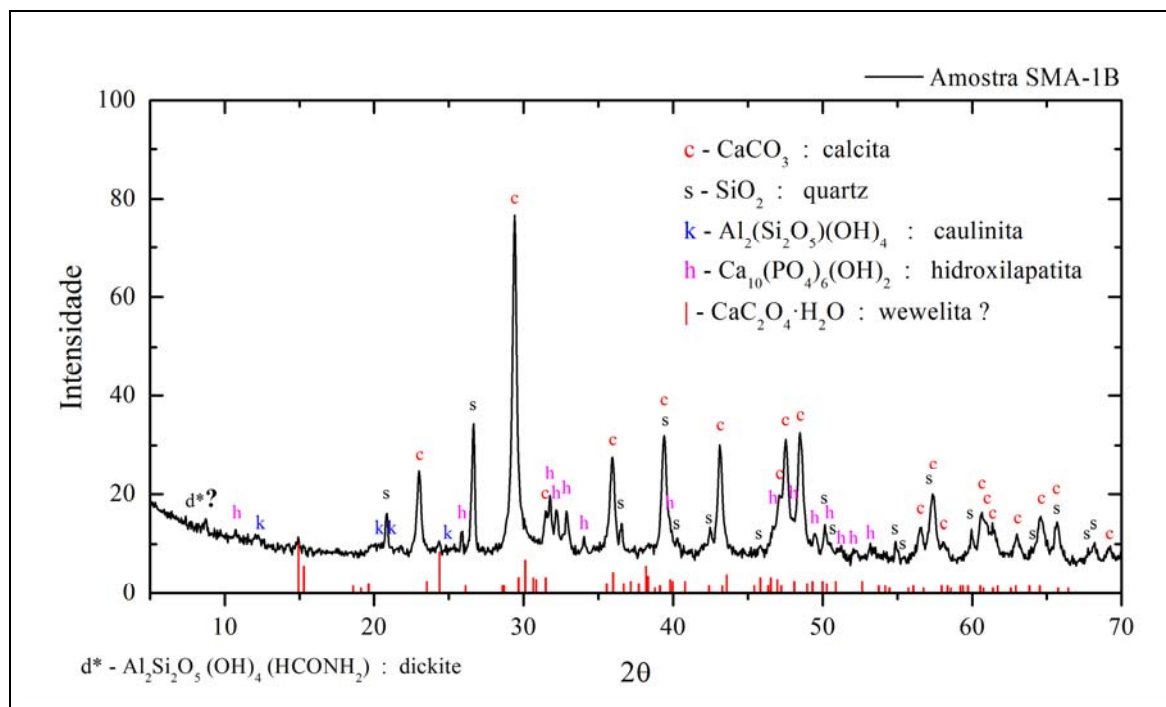
Figura 46. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1^a

Figura 47. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1B

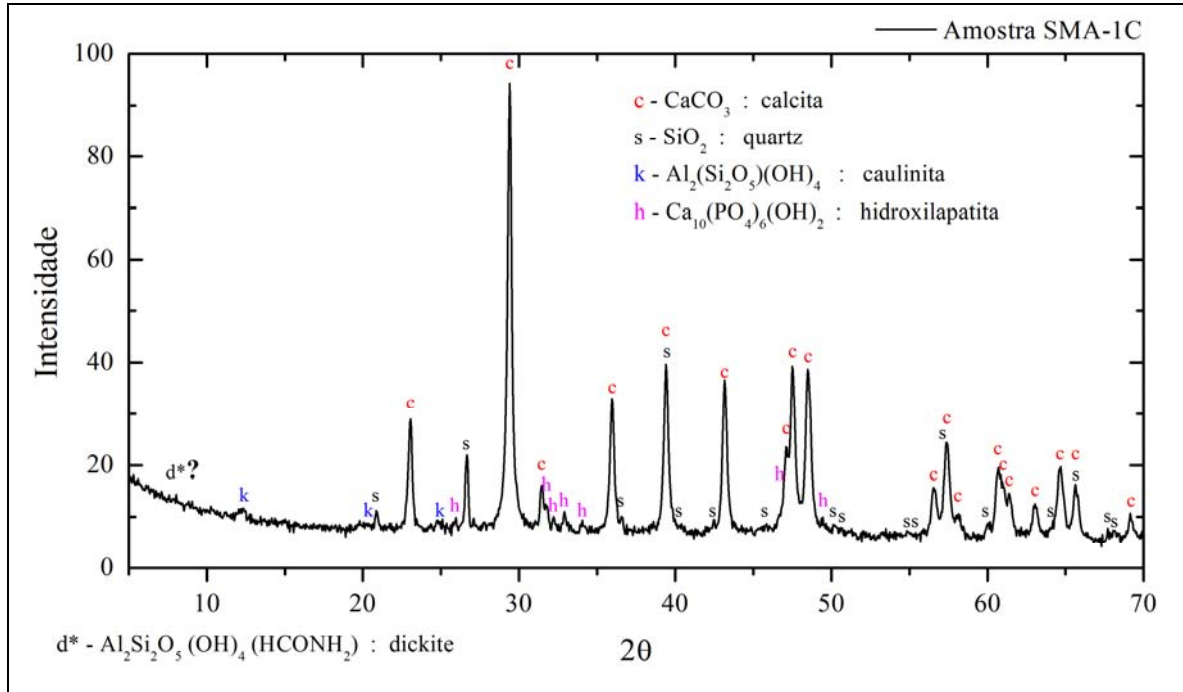


Figura 48. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-1C

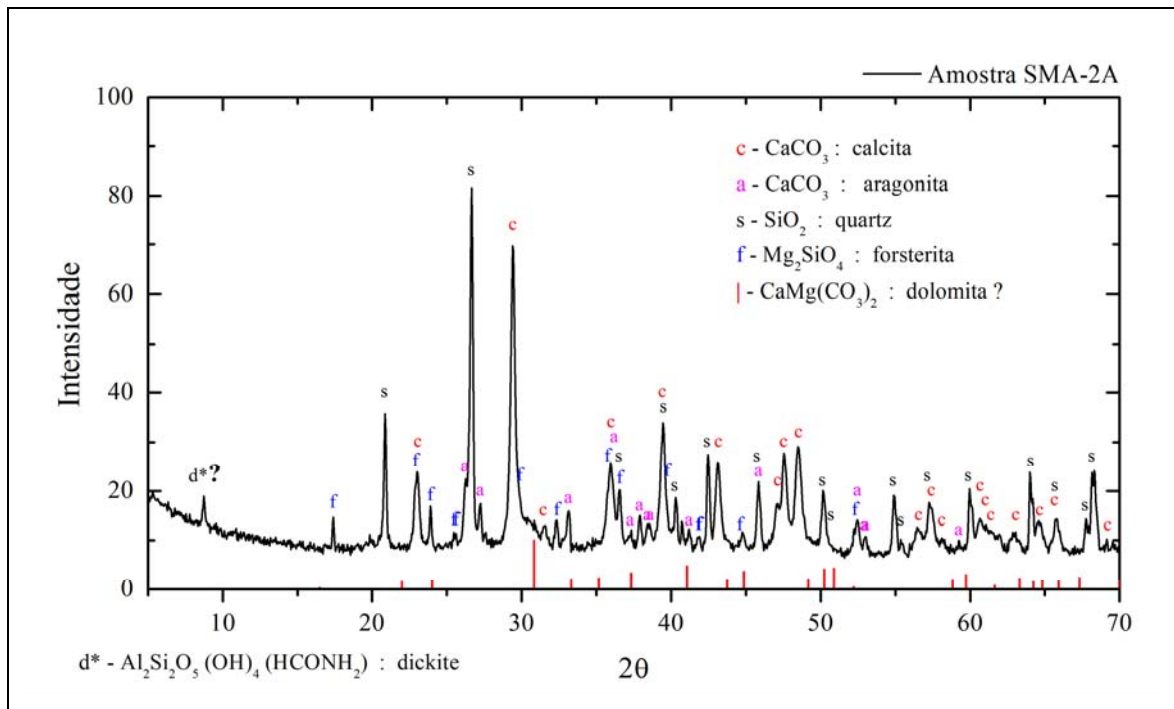


Figura 49. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2A

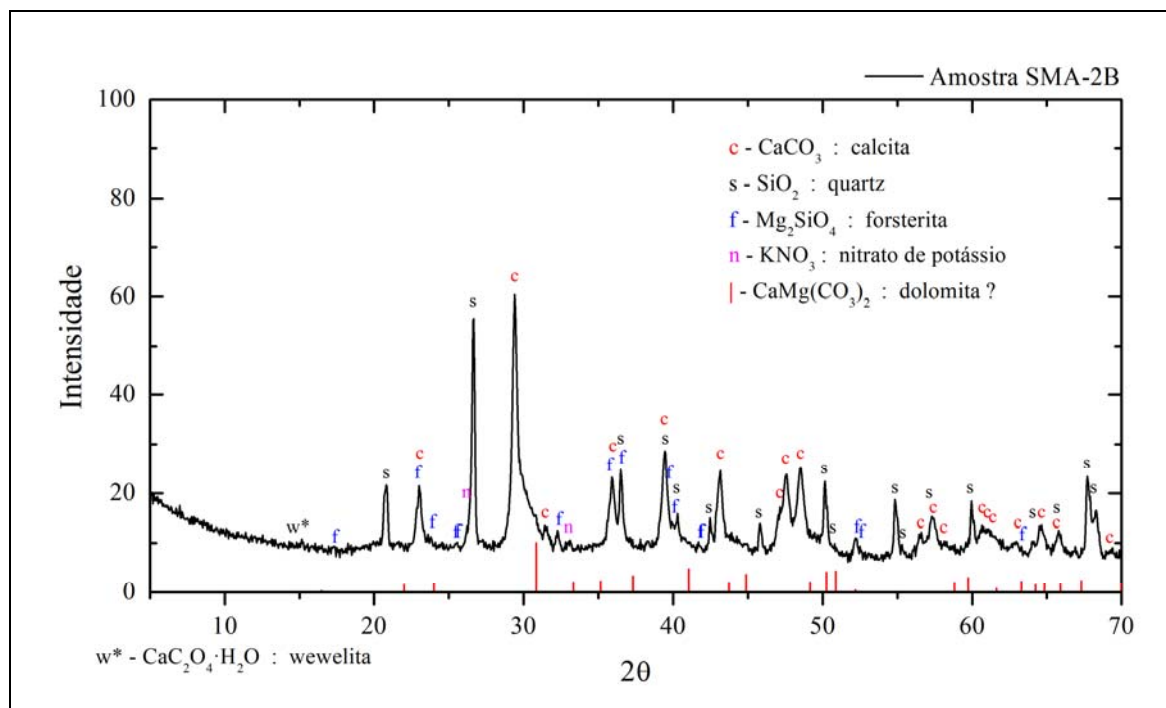


Figura 50. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2B

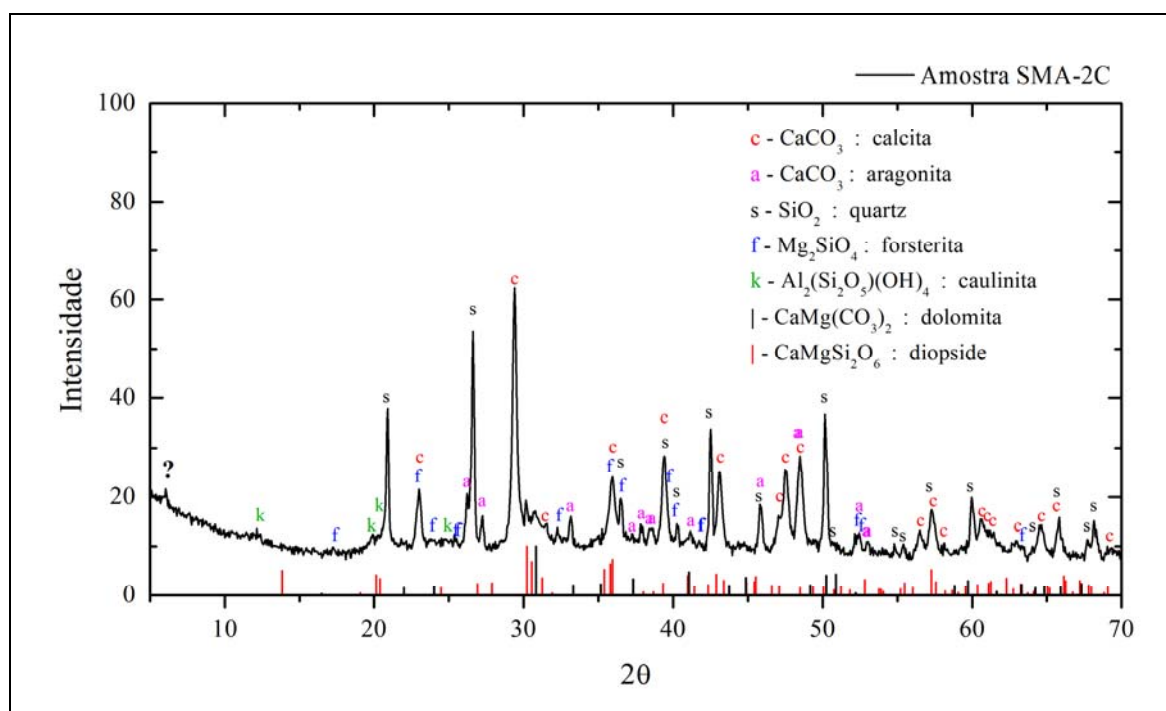
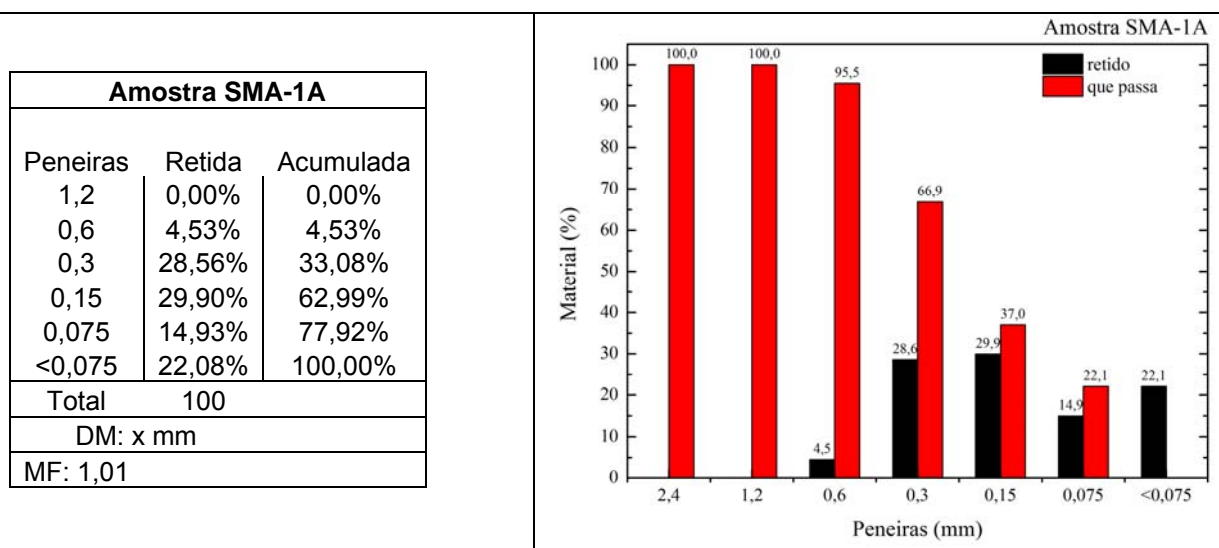
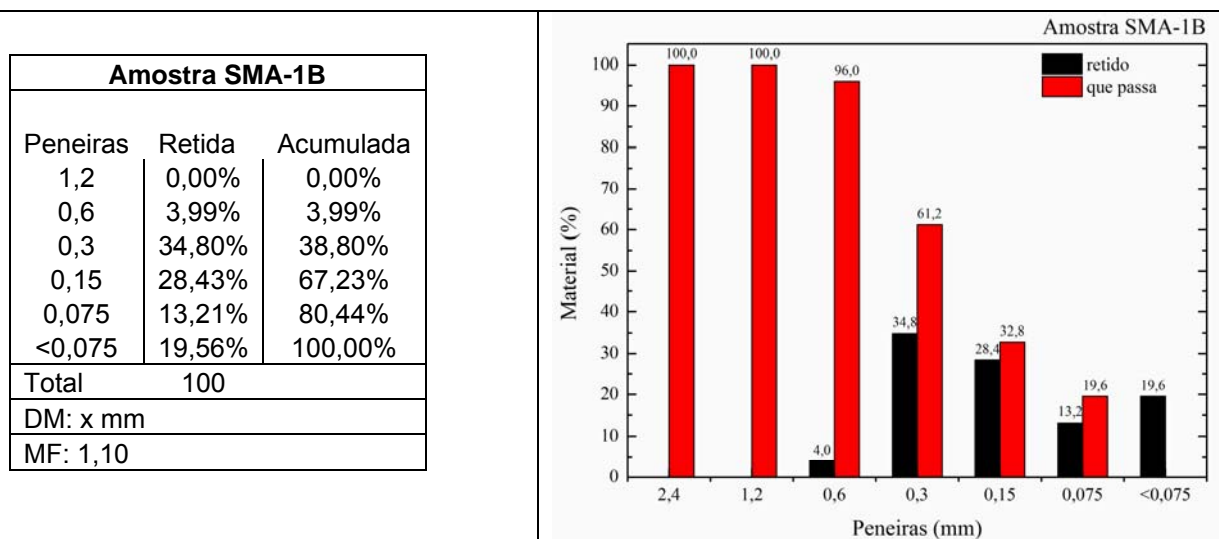
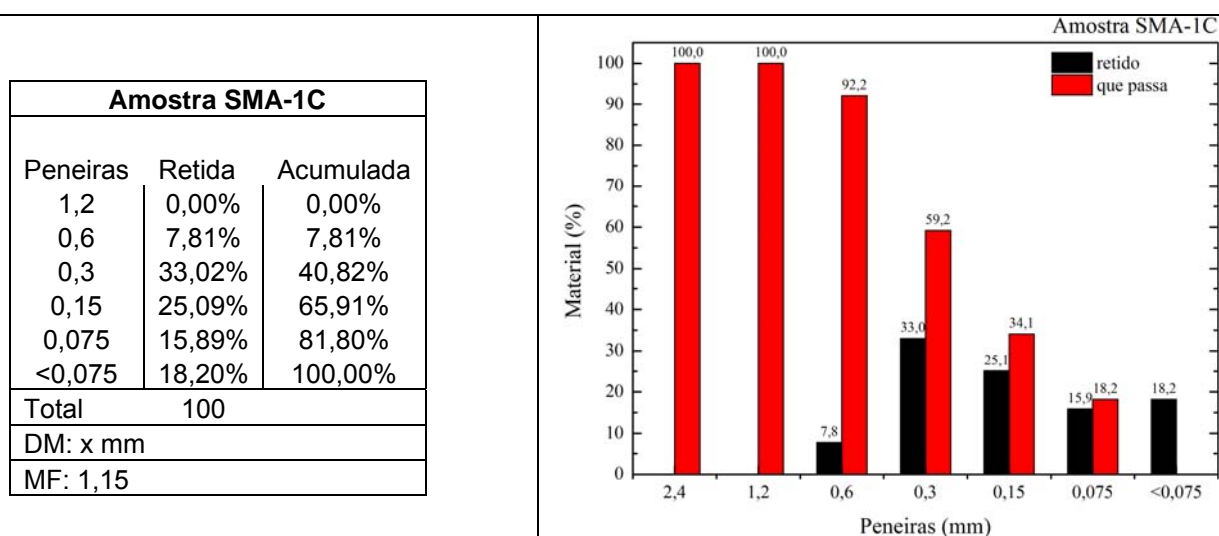
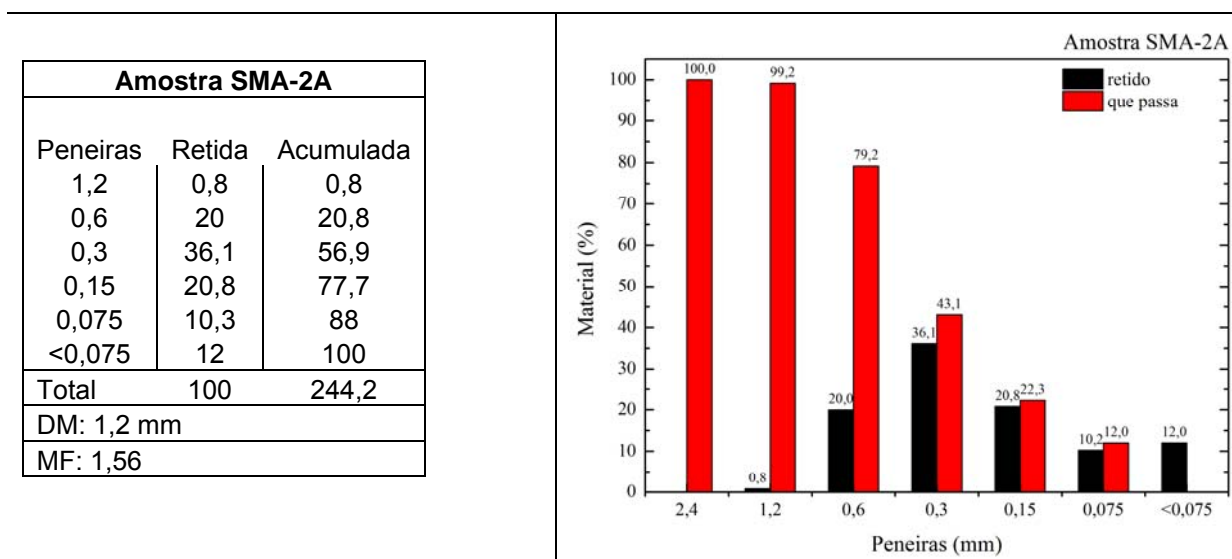
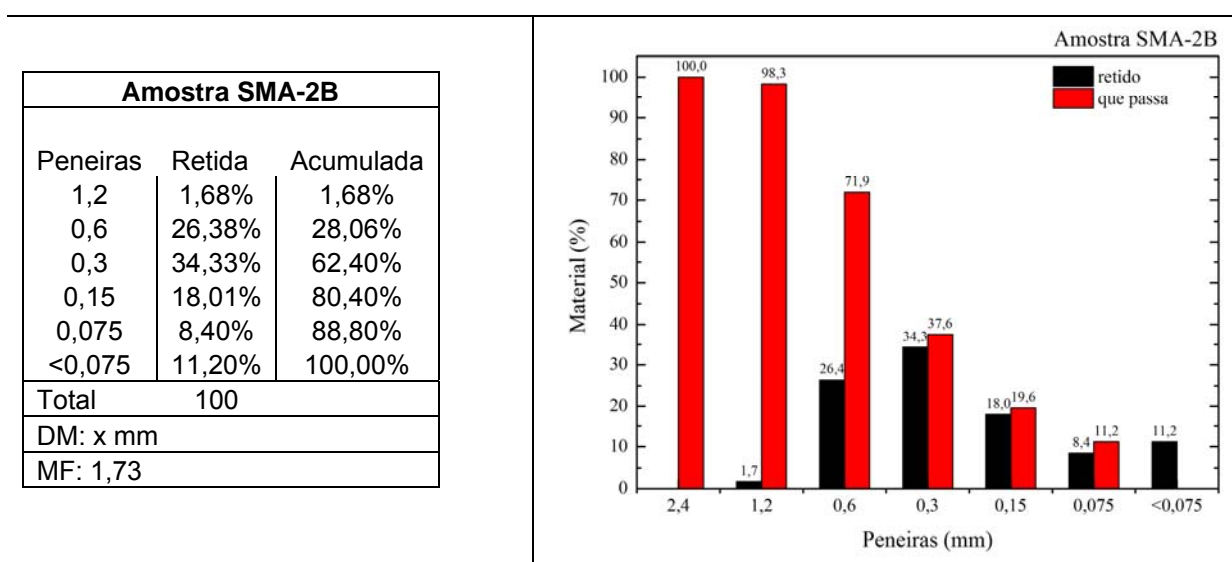
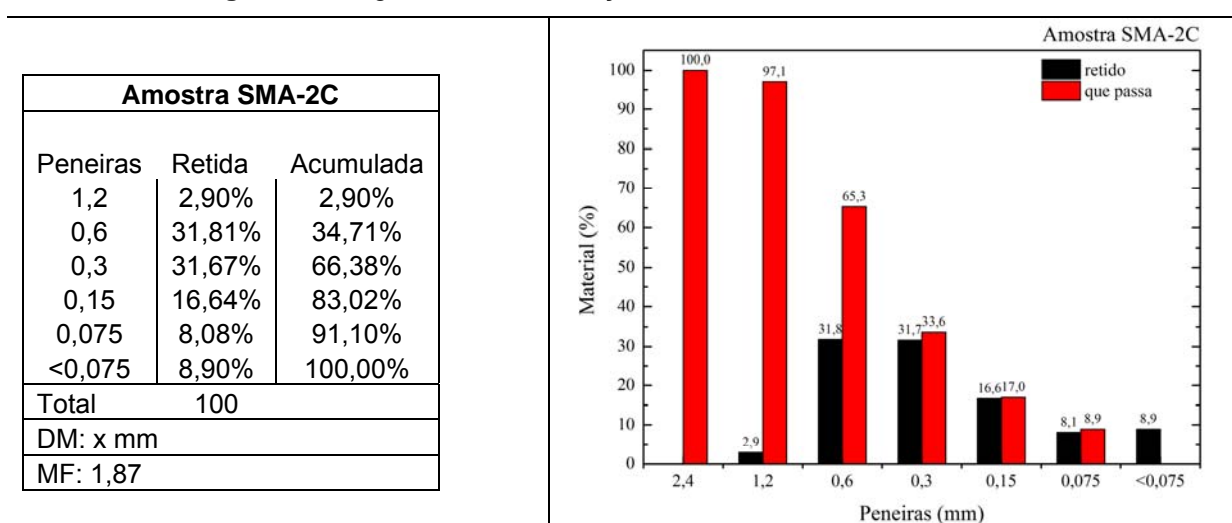


Figura 51. Diagrama de Difração de raios X, amostra SMA-2C

ANEXO - VI. Figuras que mostram a análise granulométrica e gráficos, conjunto 1.

Figura 52. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1A

Figura 53. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1B

Figura 54. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-1C

ANEXO - VII. Figuras que mostram a análise granulométrica e gráficos, conjunto 2.

Figura 55. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2A

Figura 56. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2B

Figura 57. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2C

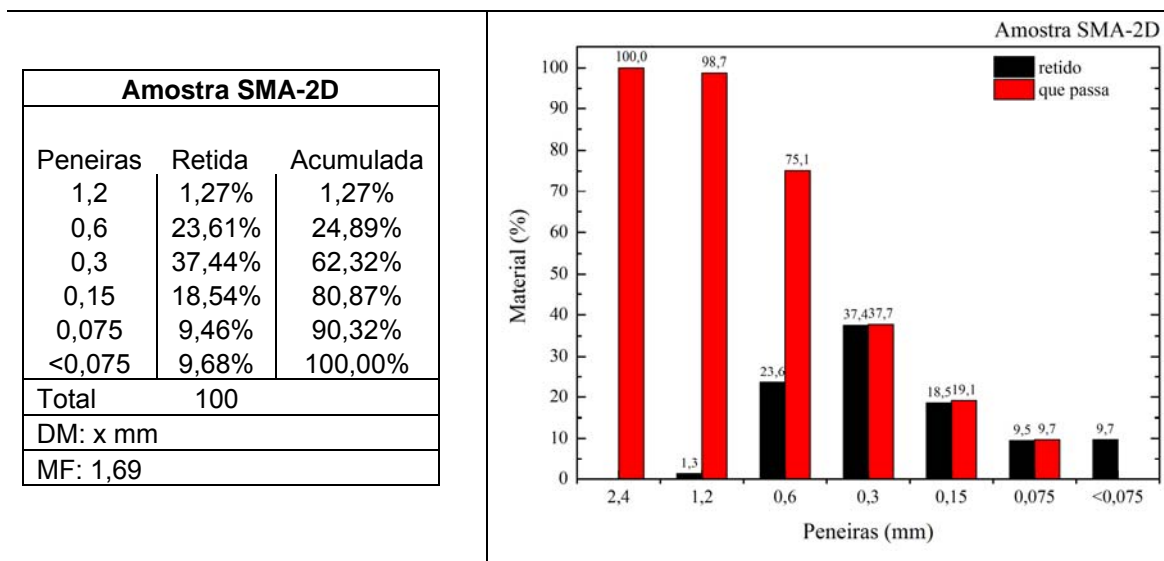


Figura 58. Diagramas de Distribuição Granulométrica, amostra SMA-2D

ANEXO - VIII. Sequência de preparação das amostras.

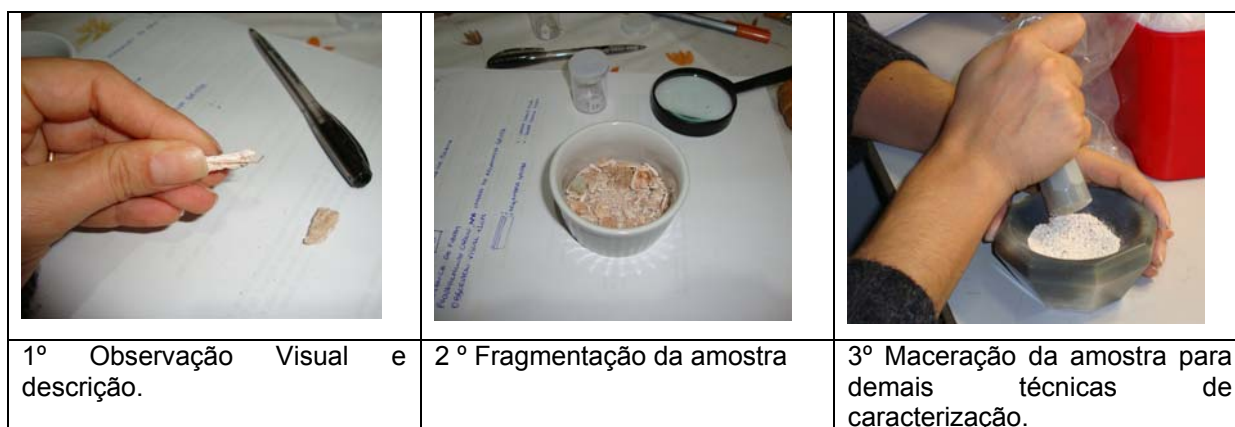


Figura 59. Sequência de preparação das amostras para ser utilizadas com as técnicas de IFTR-IR, DRX, TG e DTG.

ANEXO - IX. Fichas descritivas para a coleta das amostras, utilizadas na pesquisas.

Ficha n°					
Ficha de Registro Amostras coletadas					
<u>Pesquisa:</u> Caracterização das argamassas da Ruína de São Miguel Arcanjo.					
<u>Data:</u>		<u>Hora:</u>			
<u>Condições Ambientais:</u> Sol <input type="checkbox"/> Chuva <input type="checkbox"/> Nublado <input type="checkbox"/> Vento <input type="checkbox"/>					
<u>Temperatura Dia:</u>			<u>Peso:</u>		
<u>Tipo Construção:</u> Igreja - Ruína					
<u>Nome:</u> São Miguel Arcanjo		<u>Data Construção:</u> 1687 aprox.			
<u>Amostra:</u> Argamassa		<u>Função:</u> Revestimento <input type="checkbox"/>		Assentamento <input type="checkbox"/>	
<u>Localização:</u> Parede <input type="checkbox"/> Coluna <input type="checkbox"/>					
<u>Partes:</u> Frontispício (pórtico) <input type="checkbox"/> Átrio <input type="checkbox"/> Nave <input type="checkbox"/> Abside Lateral Direita <input type="checkbox"/>					
Abside Lateral Esquerda <input type="checkbox"/> Coro <input type="checkbox"/> Batistério <input type="checkbox"/> Sacristia <input type="checkbox"/> Cemitério <input type="checkbox"/>					
<u>Coordenada de Retirada:</u> x:			y:		
<u>Posição Solar:</u> Norte <input type="checkbox"/> Sul <input type="checkbox"/> Leste <input type="checkbox"/> Oeste <input type="checkbox"/>					
<u>Estado Conservação:</u> Bom <input type="checkbox"/> Ruim <input type="checkbox"/> Péssimo <input type="checkbox"/>					
<u>Tipos Danos:</u>					
<u>Fotografia Local da Retirada:</u>		<u>Fotografar Amostra:</u>			
<u>Condições da Amostra. Aspecto (in loco):</u>					
Textura	Cor	Granulometria	Distrib. Poros	Presença Fibras	Estratigrafia

Imagem do Lado: Frente da Folha, específico para descrição textual da amostra

Figura 60. Imagem da Ficha construída para esta pesquisa de campo. Frente


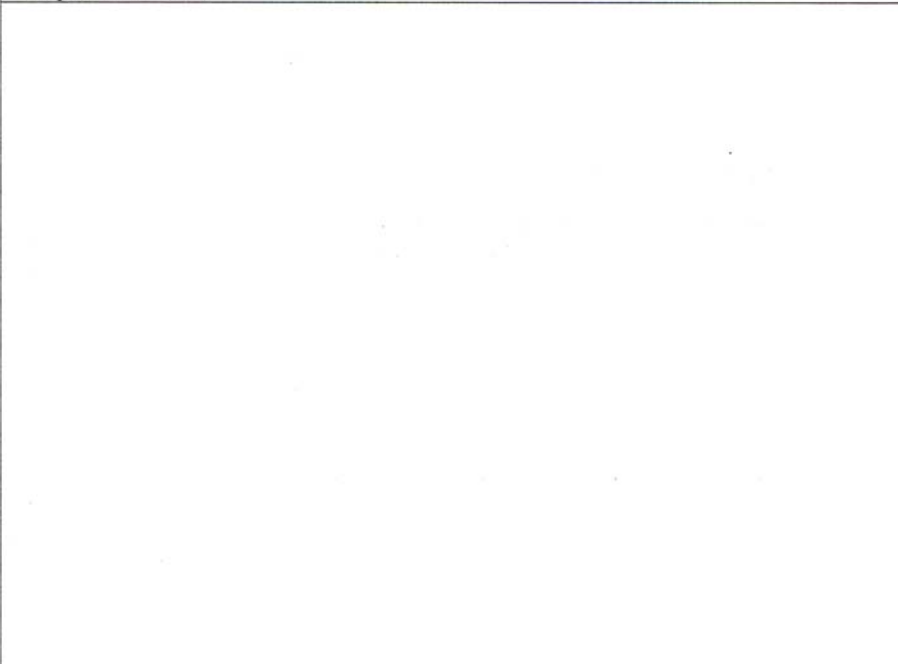
Croqui de Planta:

Croqui da Amostra:


Imagem do Lado específico para croquis da retirada da amostra

Figura 61. Imagem da Ficha construída para esta pesquisa de campo. Verso
