



LABORATÓRIO NACIONAL  
DE ENGENHARIA CIVIL

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS  
Núcleo de Materiais Metálicos

Proc. 0204/11/17692

# **CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DAS ARGAMASSAS DA VILLA ROMANA DE PISÕES – BEJA**

Lisboa • Junho de 2010

**I&D MATERIAIS**

**RELATÓRIO 222/2010 – NMM**



**CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DAS  
ARGAMASSAS DA *VILLA* ROMANA DE PISÕES, BEJA**

**CARATTERIZZAZIONE CHIMICA, MINERALOGICA E MICROSTRUTTURALE  
DEGLI INTONACI DELLA *VILLA* ROMANA DI PISÕES, BEJA**

**CHEMICAL, MINERALOGICAL AND MICROSTRUCTURAL  
CHARACTERIZATION OF THE MORTARS FROM THE ROMAN *VILLA* OF  
PISÕES, BEJA**

**CARACTÉRISATION CHIMIQUE, MINÉRALOGIQUE ET MICROSTRUCTURELLE  
DES ENDUITS DE LA *VILLA* ROMAINE DE PISÕES, BEJA**



# CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DAS ARGAMASSAS DA VILLA ROMANA DE PISÕES, BEJA

## ÍNDICE DO TEXTO

	Pág.
Preâmbulo.....	1
1 – INTRODUÇÃO. ENQUADRAMENTO HISTÓRICO.....	1
2 – AMOSTRAS.....	3
3 – ENSAIOS REALIZADOS.....	7
3.1 - Ensaio seleccionados.....	7
3.2 – Análises macroscópica e estratigráfica.....	7
3.3 – Microscopia óptica de polarização (petrografia).....	21
3.4 – Análise mineralógica por difractometria de raios X (DRX).....	29
3.5 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD).....	36
3.6 – Análise química.....	44
3.6.1 Análise granulométrica da areia das argamassas.....	44
3.6.1 Determinação do teor de resíduo insolúvel e dos teores de sulfatos e cloretos.....	48
3.7 – Microscopia electrónica de varrimento e microanálise de raios X.....	44
3.8 – Composição das argamassas.....	44
4 – APRECIACÃO GERAL DOS RESULTADOS.....	67
BIBLIOGRAFIA.....	70

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 – Sítios arqueológicos da Beja romana, com a <i>villa</i> de Pisões [5].....	1
Figura 2 – Planta da vila de Pisões com a localização das zonas de amostragem [8].....	4
Figura 3 – Pormenores das zonas de amostragem: a) Zona do <i>Caldarium</i> , amostra P1; b) <i>Hipocausto</i> das termas sob o <i>caldarium</i> ; c),d) Zona das fornalhas, amostra P2 e P3; e) Zona do peristilio, amostra P4; f) Panorâmica do peristilio e do lado este da <i>villa</i> ; g) Zona dos quartos, amostra P5; h) Zona da <i>natatio</i> , amostra P6.....	5
Figura 4 – Pormenores das zonas de amostragem: a) Zona da <i>natatio</i> , amostra P7; b) Panorâmica da	

piscina e do lado nordeste da <i>villa</i> ; c) Zona do mausoléu, amostra P8; d) Panorâmica do lado noroeste da <i>villa</i> ; e) Zona da barragem, amostra PB1; f) Panorâmica da barragem; g) Zona do moinho, amostra PM; h) Maquete da <i>villa</i> de Pisos, onde também se identifica a <i>natatio</i> e as termas.....	6
Figura 5 – Aspectos da observação macroscópica da amostra P1.....	9
Figura 6 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P1 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b),c) Pormenores das zonas assinaladas na imagem (a) onde são visíveis os agregados escuros e os nódulos de cal.....	9
Figura 7 – Aspectos da observação macroscópica da amostra P2.....	10
Figura 8 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P2 à lupa binocular a) Aspecto geral; b),c) Pormenores da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis os agregados verdes e vermelhos e escuros.....	10
Figura 9 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P3.....	11
Figura 10 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P3 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b),c) Pormenores da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado rolado escuro (b) e um agregado silicioso do tipo quartzito (c).....	11
Figura 11 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P4.....	12
Figura 12 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P4 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis dois agregados escuros; c) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis nódulos de cal e fragmentos de tijolo.	12
Figura 13 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P5.....	14
Figura 14 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P5 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) e c) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados escuros, grãos de quartzo e alguns agregados verdes (tipo xisto) e vermelho-acastanhados (tipo tijolo).	14
Figura 15 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P6.....	15
Figura 16 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P6 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado escuro com uma orla de reacção acastanhada; c) Pormenor onde são visíveis agregados vermelhos (tijolo), verdes (tipo xisto) e claros (quartzo).....	15
Figura 17 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P7.....	16
Figura 18 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P7 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados escuros e vermelhos (tipo tijolo); c) Pormenor da pasta da argamassa em torno dum fragmento de tijolo (diferente do mostrado no pormenor (b)).	16
Figura 19 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P8.....	17

Figura 20 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P8 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um grande agregado de tijolo, mas nota-se também a variabilidade de outros tipos de agregado; c) Outro pormenor da argamassa onde ocorrem agregados de quartzo e xisto.....	17
Figura 21 – – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PM.....	18
Figura 22 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PM à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados vermelhos (tijolo), escuros (rochas granitóides e claros (quartzosos); c) Outro pormenor da argamassa onde além dum fragmento grande quartzoso, ocorrem nódulos brancos de cal e pequenos fragmentos de tijolo (tipo <i>cocciopesto</i> ).....	18
Figura 23 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PB1. ....	19
Figura 24 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PB1 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado amarelado (xisto alterado); c) Outro pormenor da argamassa onde pode-se ver um agregado cinza-verde (tipo xisto). ..	19
Figura 25 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PB2. ....	20
Figura 26 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PB2 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado claro (provavelmente quartzoso); c) Outro pormenor da argamassa onde se observa um agregado cinza-verde (tipo xisto) bastante microfissurado.....	20
Figura 27 – Observação da argamassa S1 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (c,e,g) e cruzados (a,b,d,f,h), evidenciando agregados granadoríticos bem envolvidos pela pasta de cal carbonatada. Notação: 1. nódulo de cal; 2. plagioclase; 3. quartzo; 4. piroxenas; 5. fragmentos cerâmicos e tijolo; 6. anfíbola.....	22
Figura 28 – Observação da argamassa P2 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (c,e) e cruzados (a,b,d), evidenciando a diferente mineralogia dos agregados e a presença de nódulos de cal. Notação: 1. Nódulo de cal; 2. Piroxena; 3. óxidos de ferro; 4. Clorite; 5. Serpentina; 6. colonização microbiológica. ....	23
Figura 29 – Observação da argamassa P3 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f), evidenciando a diferente mineralogia dos agregados e a presença de nódulos de cal. Notação: 1. Nódulo de cal; 2. Xisto; 3. quartzito; 4. fragmentos cerâmicos – tijolo; 5. Óxidos de ferro; 6. Mica; 7. Cal cristalina.....	25
Figura 30 – Observação da argamassa P6 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f): Notação: 1. rocha ígnea ácida muito alterada; 2. fragmentos cerâmicos – tijolo; 3. filossilicato; 4. anfíbola. ....	26

Figura 31 – Observação da argamassa P8 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f). Notação: 1. Rocha carbonática; 2. Fragmentos cerâmicos – tijolo; 3. quartzito; 4. Xisto; 5. Nódulos de cal.....	27
Figura 32 – Observação da argamassa PB1 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c) e cruzados (b,d). Notação: 1. Feldspato; 2. fragmentos cerâmicos (tijolo); 3. nódulo de cal; 4. Xisto; 5. Resíduo biológico. ....	28
Figura 33 – Registo difractométrico da argamassa P1. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; M – Mica; Af – Anfíbola; H – Hematite; P – Piroxena. ....	29
Figura 34 – Registos difractométricos da argamassa P2, global (vermelho) e fracção fina (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; H – Hematite.....	30
Figura 35 – Registos difractométricos da argamassa P3, global (vermelho) e fracção fina (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite.....	30
Figura 36 – Registos difractométricos das argamassas P3 (vermelho) e P5 (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite. ....	31
Figura 37 – Registo difractométrico da argamassa P4. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; Ar – Aragonite; M – Mica; H – Hematite.....	31
Figura 38 – Registo difractométrico da argamassa P6. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; Ar – Aragonite; M – Mica....	32
Figura 39 – Registo difractométrico da argamassa P7. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite; Ch – Carboaluminatos de cálcio hidratados. ....	32
Figura 40 – Registo difractométrico da argamassa P8. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite.	33
Figura 41 – Registo difractométrico da argamassa PM. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; H – Hematite; Ha – Halite; P – Piroxena. .	33
Figura 42 – Registos difractométricos das argamassas PB1 (vermelho) e PB2 (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caolinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; Ar – Aragonite; M – Mica; P – Piroxena. ....	34
Figura 43 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P1.....	38
Figura 44 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P2.....	38



Figura 45 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P3.....	39
Figura 46 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P4.....	39
Figura 47 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P5.....	40
Figura 48 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P6.....	40
Figura 49 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P7.....	41
Figura 50 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P8.....	41
Figura 51 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PM.....	42
Figura 52 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PB1.....	42
Figura 53 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PB2.....	43
Figura 54 – Curva granulométrica das areias da argamassa P2, P3, P4 e P8.....	46
Figura 55 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P2 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm...46	46
Figura 56 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P3 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm...47	47
Figura 57 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P4 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm...47	47
Figura 58 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P8 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm d) 1,25 a 2,5 mm....48	48
Figura 59 – Amostra P1: observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) grão de anfíbola bem envolvido pela pasta; b) Espectro EDS do grão de anfíbola; c) Pormenor da pasta e (d) correspondente espectro EDS; e) Interface entre um agregado e a pasta, onde são evidentes produtos de neoformação com cristalização acicular.....	50
Figura 60 – Amostra P1 em superfície polida: a) Pormenor da zona mais externa da amostra ao microscópio estereoscópico; b) Idem, mas observação ao MEV/EDS; c) Espectros EDS das zonas indicadas, respectivamente uma anfíbola (1) e fragmentos ceramicos/tijolo (2).....	51
Figura 61– Amostra P1:Observação ao MEV mapas de raios X dos elementos químicos identificados.	51
Figura 62 – Amostra P2: Observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) Aspecto geral da pasta; b,c) Produtos de neoformação (calcite) em zonas porosas;.....	52
Figura 63 – Amostra P2: Observação em superfície polida: a) Observação ao microscópio estereoscópico da zona mais externa da amostra; b) Idem mas ao MEV; c) Espectros EDS das zonas indicadas.....	53
Figura 64 – Amostra P2: Observação ao MEV e mapas de raios X dos elementos químicos indicados.	53
Figura 65 – Amostra P3: Observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) Pormenor da pasta onde notam-se formações de calcite neoformada e (b) espectro EDS correspondente; c) Produtos de	

neoformação com cristalização acicular e (d) espectro EDS correspondente; e) Presença de filamentos provenientes de colonização biológica e (f) pormenor, onde é possível observar a presença de cristais de calcite na superfície do material orgânico. ....	54
Figura 66 – Amostra P3: Observação em superfície polida da zona central da amostra: a) Observação ao microscópio estereoscópico; b) Idem mas observação ao MEV/EDS; c) Mapas de raios X dos elementos indicados .....	55
Figura 67 – Amostra P4: Observação em superfície polida da zona central da amostra: a) Observação ao microscópio estereoscópico; b) Idem mas observação ao MEV/EDS; c) Mapas de raios X dos elementos indicados .....	56
Figura 68 – Amostra P5: Observação da zona central da amostra em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados. ....	57
Figura 69 – Observação da amostra P6 em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV/EDS em que é visível um pormenor da zona central da amostra; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.....	58
Figura 70 – Observação da amostra P7 em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV/EDS; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados. ....	59
Figura 71 – Observação da amostra P8 ao MEV: a,b) Pormenores de superfícies de fractura que mostram a presença de colonizações biológicas; c) Aspecto duma superfície polida; d) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; e) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados. ....	60
Figura 72 – Observação da amostra PM em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.....	61
Figura 73 – Observação da amostra PB1 em superfície de fractura ao MEV, em que são visíveis formações de carbonatos de cálcio provenientes de recristalização, com aspecto acicular (b) (aragonite) e ortorômbico (a,c,d) (calcite); e) Espectro EDS correspondente aos carbonatos.....	62
Figura 74 – Observação da amostra PB1 em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Espectros EDS das zonas assinaladas em (a); d) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados. ....	63
Figura 75 – Observação da amostra PB2 em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Espectros EDS das zonas assinaladas em (a). ....	64
Figura 76 – Observação da amostra PB2: mapas de raios X dos elementos químicos indicados.....	65

## ÍNDICE DE QUADROS

	Pág.
Quadro 1 – Identificação e localização das amostras recolhidas na <i>villa</i> de Pisões .....	3
Quadro 2 – Identificação das amostras com o tipo de ensaios efectuados .....	7
Quadro 3 – Composição mineralógica qualitativa das amostras de argamassas .....	35
Quadro 4 – Perdas de massa em diferentes gamas de temperatura e teores de calcite (em %). .....	43
Quadro 5 – Análise granulométrica da argamassa P2 (valores em %).....	66
Quadro 6 – Análise granulométrica da argamassa P3 (valores em %).....	66
Quadro 7 – Análise granulométrica da argamassa P4 (valores em %).....	45
Quadro 8 – Análise granulométrica da argamassa P8 (valores em %).....	45
Quadro 9 – Teores (em %) de resíduo insolúvel, sulfatos e cloretos nas argamassas.....	48
Quadro 10 – Composição simplificada das argamassas (% em massa) .....	66



# CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DAS ARGAMASSAS DA VILLA ROMANA DE PISÕES, BEJA

## Preâmbulo

O presente relatório apresenta os resultados obtidos referentes a um trabalho de estágio, realizado no Núcleo de Materiais Metálicos do Departamento de Materiais, dum aluno do Mestrado em Química da Universidade de Veneza, e que se inseriu no âmbito do estudo "*Materiais com interesse histórico. Durabilidade e caracterização*", incluído no projecto de investigação programada do LNEC para 2009-2012.

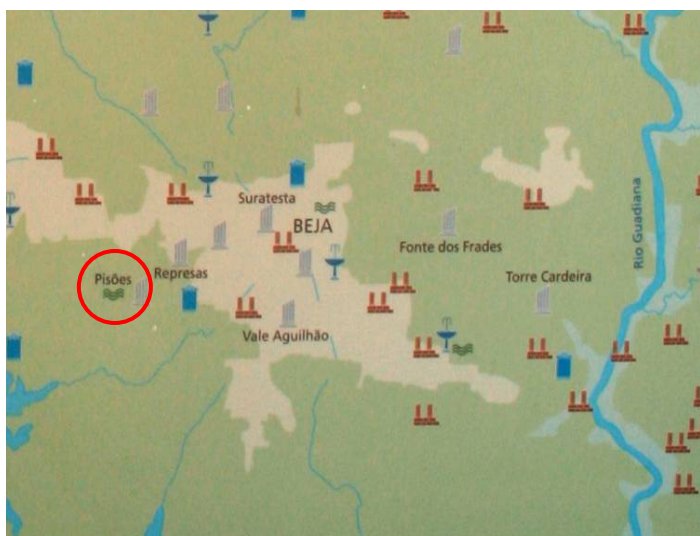
Este trabalho surgiu na sequência de outros estudos anteriormente realizados pelo LNEC relativos à caracterização de argamassas/revestimentos da época romana em Portugal, nomeadamente os casos da Estação Arqueológica de Tróia, da vila de Mértola e S. Cucufate [1-4].

Os estudos de argamassas do período romano, com cerca de 2000 anos de história e que tiveram excelentes desempenhos, visa fornecer novos dados sobre o desempenho dos ligantes aéreos e tipos de agregados, bem como para a formulação de novas argamassas com garantida compatibilidade com as pré-existentes.

## 1 – INTRODUÇÃO. ENQUADRAMENTO HISTÓRICO

O trabalho de caracterização incidiu sobre amostras de argamassa recolhidas na estação arqueológica da *villa* romana de Pisões, situado na Herdade de Algramaça em Santiago Maior, 6 km a sudoeste de Beja (EN 18 na direcção Beja/Aljustrel), com o objectivo de determinar a estratigrafia das diversas camadas, composição e estado de degradação.

A *villa* romana de Pisões foi acidentalmente descoberta em Fevereiro de 1967, no decurso de trabalhos



agrícolas, tendo as escavações arqueológicas então iniciadas revelado uma *villa* luso-romana de grande interesse. No Alentejo existem vários testemunhos arqueológicos destas estruturas agrárias romanas, as *villae*, que caracterizam um tipo de ocupação e exploração agrícola do território. As culturas principais incluíam a vinha e a oliveira, a produção de cereais e de

Figura 1 – Sítios arqueológicos da Beja romana, com a *villa* de Pisões [5].

gado, cuja produção de destinava ao abastecimento dos mercados da *Pax Julia* (Beja) ou de outras cidades do Alentejo e do Algarve, dos coutos mineiros como Vipasca (Aljustrel) e das Minas de São Domingos, ou ainda do exército.

A *villa* de Pisões, ocupada entre o século I a IV d.C., só se encontra parcialmente escavada, compreendendo parte significativa da *pars urbana*, com mais de quarenta divisões dispostas em torno de um peristilo. A fachada, que seria porticada, estaria virada a sul, abrindo sobre o grande tanque, *natatio*, de 40 x 8,50 m. Um corredor dá acesso ao peristilo de quatro colunas, para o qual se abrem as outras salas, uma das quais possui uma pequena abside e lago central.

Os mosaicos da *villa* romana de Pisões são a sua maior riqueza plástica, com uma apreciável diversidade de painéis de excepcional importância artística. Faz parte deste núcleo o edifício termal com duas fases construtivas distintas, e cuja entrada seria efectuada através de um pátio ao ar livre que dava acesso a uma sala fechada - o *apodyterium*, e daí dirigiam-se à sala de sauna, o *laconicum*. A gordura seria então raspada do corpo através de um instrumento, o *strigilus*, seguindo-se um banho num tanque de água quente, o *alveus*, do *caldarium*; sucessivamente atravessavam as salas mornas, o *tepidarium*, e terminavam nos banhos frios, o *frigidarium*, cobertos ou ao ar livre.

No concelho de Beja para além de Pisões conhecem-se outras *villae*, mas que nunca foram objecto de escavações sistemáticas. O modelo arquitectónico das *villae* centrava-se na casa do proprietário, *pars urbana*, existindo ainda habitações do criado e armazéns, *pars rustica* e *fructuaria*, sendo esta última composta por um conjunto de lagares e celeiro, onde se procedia à transformação dos produtos da terra. A dimensão da propriedade, o *fundus*, é difícil de precisar, mas a área poderia mediar entre os 200 a 420 hectares [5].

De acordo com a metodologia normalmente seguida no LNEC para a caracterização de revestimentos/argamassas de edifícios antigos [6-7], foram seleccionados os seguintes ensaios:

- Análise macroscópica e estratigráfica;
- observação ao microscópio petrográfico;
- análise difractométrica de raios X (DRX);
- análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD);
- análise química (AQ) com determinação do resíduo insolúvel (RI) em ácido e análise granulométrica da areia;
- determinação do teor de cloretos por potenciometria;
- determinação do teor de sulfatos (SO<sub>3</sub>) por combustão em forno de indução seguido de determinação em forno de infravermelho;

- observação ao microscópio electrónico de varrimento (MEV), complementada com microanálises de raios X por dispersão em energias (EDS).

Este trabalho apresenta os resultados obtidos nos ensaios de caracterização e faz uma apreciação sobre o estado de conservação das argamassas.

## 2 – AMOSTRAS

A localização das amostras e a sua identificação é apresentada nas figuras 2 a 4 e quadro 1.

Quadro 1 – Identificação e localização das amostras recolhidas na *villa* de Pisões

Identificação amostra	Localização	Descrição geral
P1	Sala dos banhos quentes ( <i>Caldarium</i> )	Argamassa de cor avermelhada, com agregados de coloração cinzenta e escura, presença de nódulos brancos de cal e material pozolânico (fragmentos de tijolo); com boa resistência mecânica.
P2	Fornalhas ( <i>Praefurnium</i> )	Argamassa de cor creme, com agregados de coloração verde, vermelha e escura; alguns nódulos brancos de cal; boa resistência mecânica.
P3	Vestiário ( <i>Apodyterium</i> )	Argamassa de cor castanha com agregados de diferente dimensão e cor, nódulos brancos de cal e fragmentos de tijolo; fraca resistência mecânica.
P4	Átrio colunado ( <i>Peristilio</i> )	Argamassa de cor castanho-avermelhada, com agregados escuros, nódulos brancos de cal e fragmentos de tijolo; aspecto compacto, boa resistência mecânica.
P5	Quartos	Argamassa de cor castanho-amarelada com agregados de diferente dimensão e cor, nódulos brancos de cal e fragmentos cerâmicos; fraca resistência mecânica.
P6	Piscina ( <i>Natatio</i> )	Argamassa de cor creme com agregados escuros e verdes, nódulos brancos de cal e fragmentos cerâmicos; elevada resistência mecânica.
P7	Piscina ( <i>Natatio</i> )	Argamassa de cor clara com agregados escuros e cinzentos, com nódulos brancos de cal e fragmentos cerâmicos de grande dimensão; boa resistência mecânica.
P8	Mausoléu	Argamassa de cor castanha clara com agregados variados e em grande quantidade, nódulos brancos de cal e fragmentos cerâmicos; resistência mecânica média.
PM	Moinho	Argamassa de cor creme com agregados de diferente dimensão e cor, nódulos brancos de cal e fragmentos cerâmicos; fraca resistência mecânica.
PB1	Barragem	Argamassa de cor amarelada com agregados verdes e claros e alguns brancos nódulos de cal; fraca resistência mecânica.
PB2	Barragem	Argamassa de cor clara com agregados verdes e claros e alguns nódulos brancos de cal; fraca resistência mecânica.

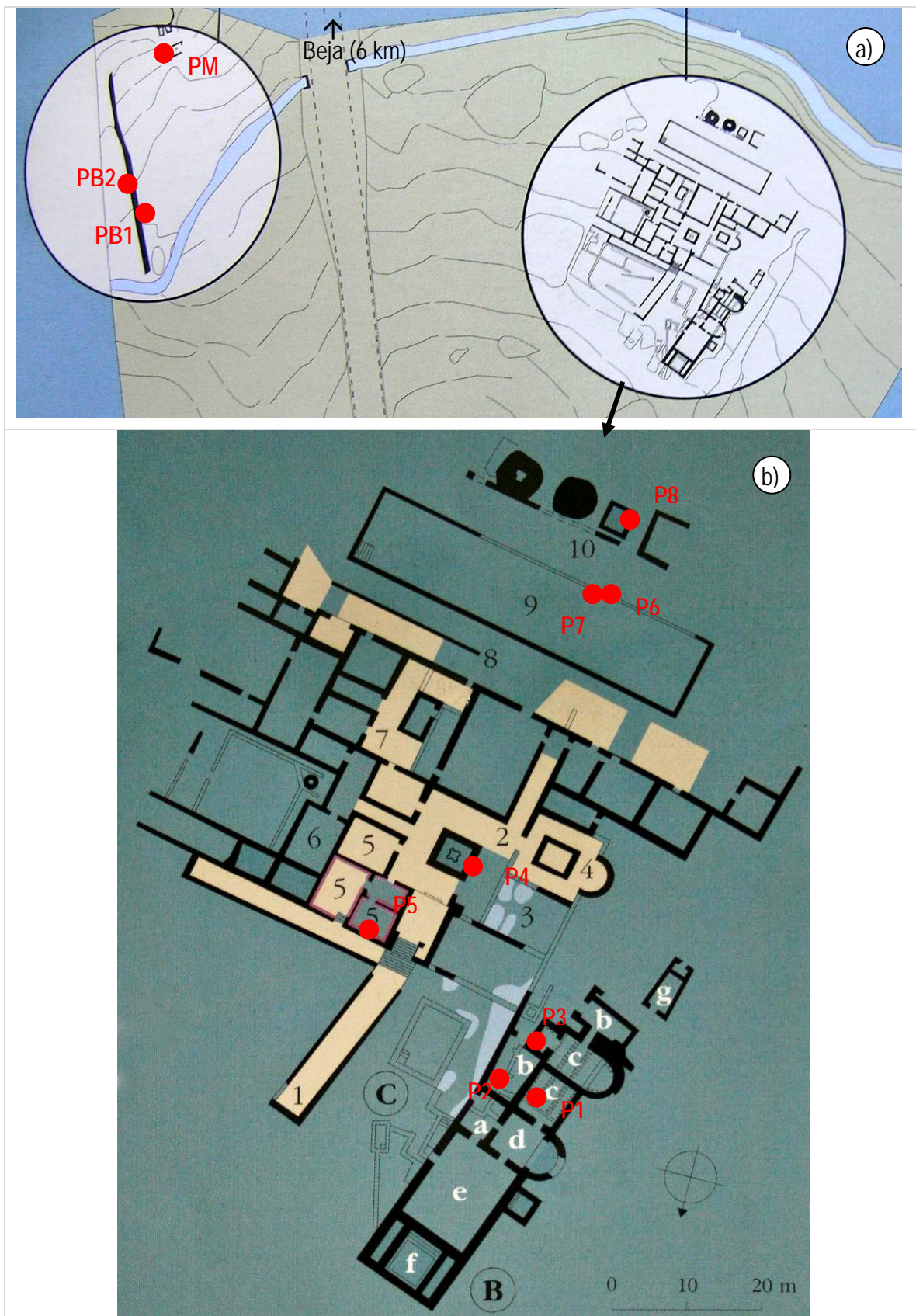


Figura 2 – Planta da *villa* de Pisões com a localização das zonas de amostragem [5].





Figura 3 – Pormenores das zonas de amostragem: a) Zona do *Caldarium*, amostra P1; b) *Hipocausto* das termas sob o *caldarium*; c),d) Zona das fornalhas, amostra P2 e P3; e) Zona do peristílio, amostra P4; f) Panorâmica do peristílio e do lado este da *villa*; g) Zona dos quartos, amostra P5; h) Zona da *natatio*, amostra P6.

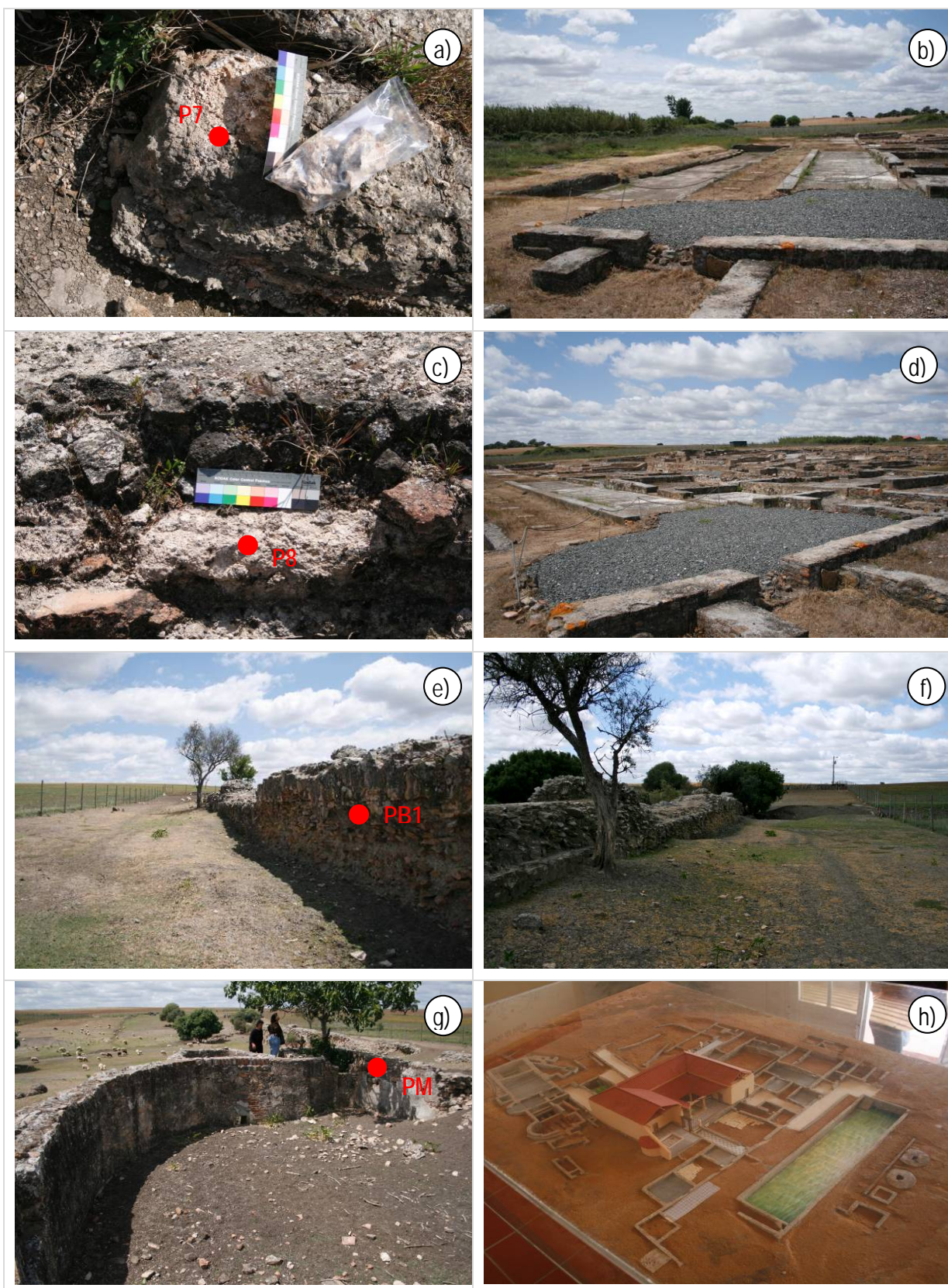


Figura 4 – Pormenores das zonas de amostragem: a) Zona da *nataatio*, amostra P7; b) Panorâmica da piscina e do lado nordeste da *villa*; c) Zona do mausoléu, amostra P8; d) Panorâmica do lado noroeste da *villa*; e) Zona da barragem, amostra PB1; f) Panorâmica da barragem; g) Zona do moinho, amostra PM; h) Maquete da *villa* de Pisos, onde também se identifica a piscina e as termas.

### 3 – ENSAIOS REALIZADOS

---

#### 3.1 - Ensaio seleccionados

Antes de preparar os provetes para os diferentes ensaios de caracterização (quadro 2) as amostras foram observadas, fotografadas e identificadas.

Quadro 2 – Identificação das amostras com o tipo de ensaios efectuados

Identificação da amostra	Estratigrafia	Petrografia	DRX (1)	ATG/ATD (2)	AQ (3)	MEV/EDS (4)
P1	✓	✓	✓	✓		✓
P2	✓	✓	✓	✓	✓	✓
P3	✓	✓	✓	✓	✓	✓
P4	✓		✓	✓	✓	✓
P5	✓		✓	✓		✓
P6	✓	✓	✓	✓		✓
P7	✓		✓	✓		✓
P8	✓	✓	✓	✓	✓	✓
PM	✓		✓	✓		✓
PB1	✓	✓	✓	✓		✓
PB2	✓		✓	✓		✓

(1) DRX – Difractometria de raios X

(2) ATG/ATD – Análises termogravimétrica e térmica diferencial

(3) AQ – Teores de resíduo insolúvel, cloretos e sulfatos e granulometria da areia

(4) MEV/EDS – Microscopia electrónica de varrimento e microanálise de raios X

#### 3.2 – Análises macroscópica e estratigráfica

As observações da estratigrafia das argamassas foram realizadas num microscópio estereoscópico OLYMPUS SZH. Os provetes para observação foram previamente impregnados com uma resina epoxy em câmara de vácuo e polidos com abrasivos diamantados de modo a obter uma superfície adequada. A observação estratigráfica de cada amostra (figuras 5 a 26) é descrita de seguida.

#### Amostra P1 (figuras 5 e 6)

Argamassa de juntas recolhida numa parede interna (parte baixa da parede virada a sudoeste, que estava completamente coberta da uma camada de terra) na sala das fornalhas do *caldarium* das termas.

Apresenta um aspecto avermelhado devido à elevada inclusão de fragmentos e pó de tijolo (*cocciopesto*), além de grãos de cal de grande dimensão (que indiciam que o ligante seja de cal aérea calcítica) e alguns grãos de agregados escuros (provavelmente fragmentos de rocha granitóide) e quartzosos. A incorporação de fragmentos cerâmicos é uma característica comum às argamassas do Período Romano, particularmente nas construções que estariam em contacto permanente com a água, como cisternas, tanques, pontes, etc. A adição de fragmentos de cerâmica é comum nas argamassas do período romano e visava o aumento da sua hidraulicidade tornando-as mais impermeáveis à água.

#### Amostra P2 (figuras 7 e 8)

Argamassa de juntas, com boa resistência mecânica, recolhida numa parede externa da sala das fornalhas do *caldarium* (parede virada a nordeste, em que era visível uma espessa camada de alteração biológica na superfície externa).

A argamassa apresenta uma cor clara de tom esverdeado devido à elevada presença de agregados verdes (aparentemente xisto verde). São visíveis alguns nódulos brancos de cal, que indicam ter como ligante a cal aérea calcítica, além de outros agregados mais avermelhados que parecem ser fragmentos de tijolo, e também agregados mais escuros (provavelmente fragmentos de rocha granitóide).

#### Amostra P3 (figuras 9 e 10)

Argamassa de reboco, recolhida num muro exterior caído na proximidade do *caldarium*, de aspecto argiloso e com fraca resistência mecânica. Apresenta alguma microfissuração e são visíveis alguns nódulos brancos de cal (diâmetro < 5 mm). Os agregados são variados quanto à cor e mineralogia (quartzosos, xistosos, tijolo, etc.).

#### Amostra P4 (figuras 11 e 12)

Argamassa de assentamento dos mosaicos extraída próximo do *peristilo* (parede interna noroeste). Apresenta um aspecto argiloso avermelhado, sendo muito rica em fragmentos de tijolo e ainda com grãos de agregado escuros e alguns nódulos brancos de cal aérea. A argamassa apresentava boa resistência mecânica e aspecto muito compacto.

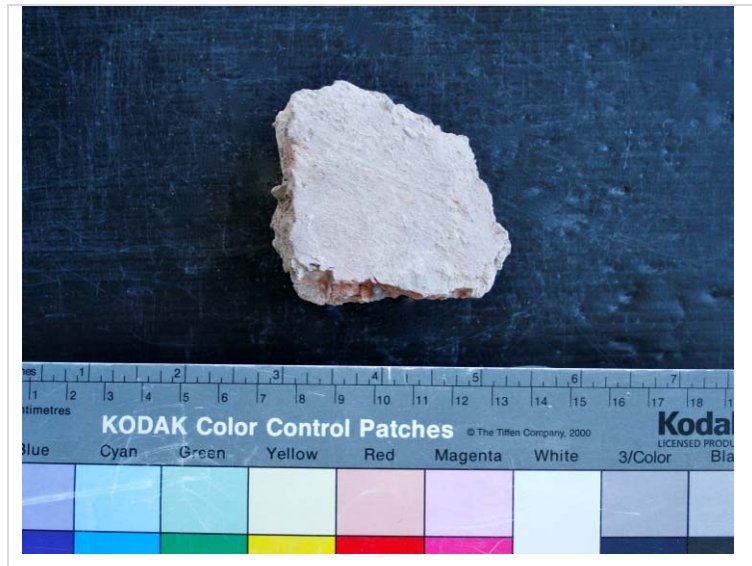


Figura 5 – Aspectos da observação macroscópica da amostra P1.

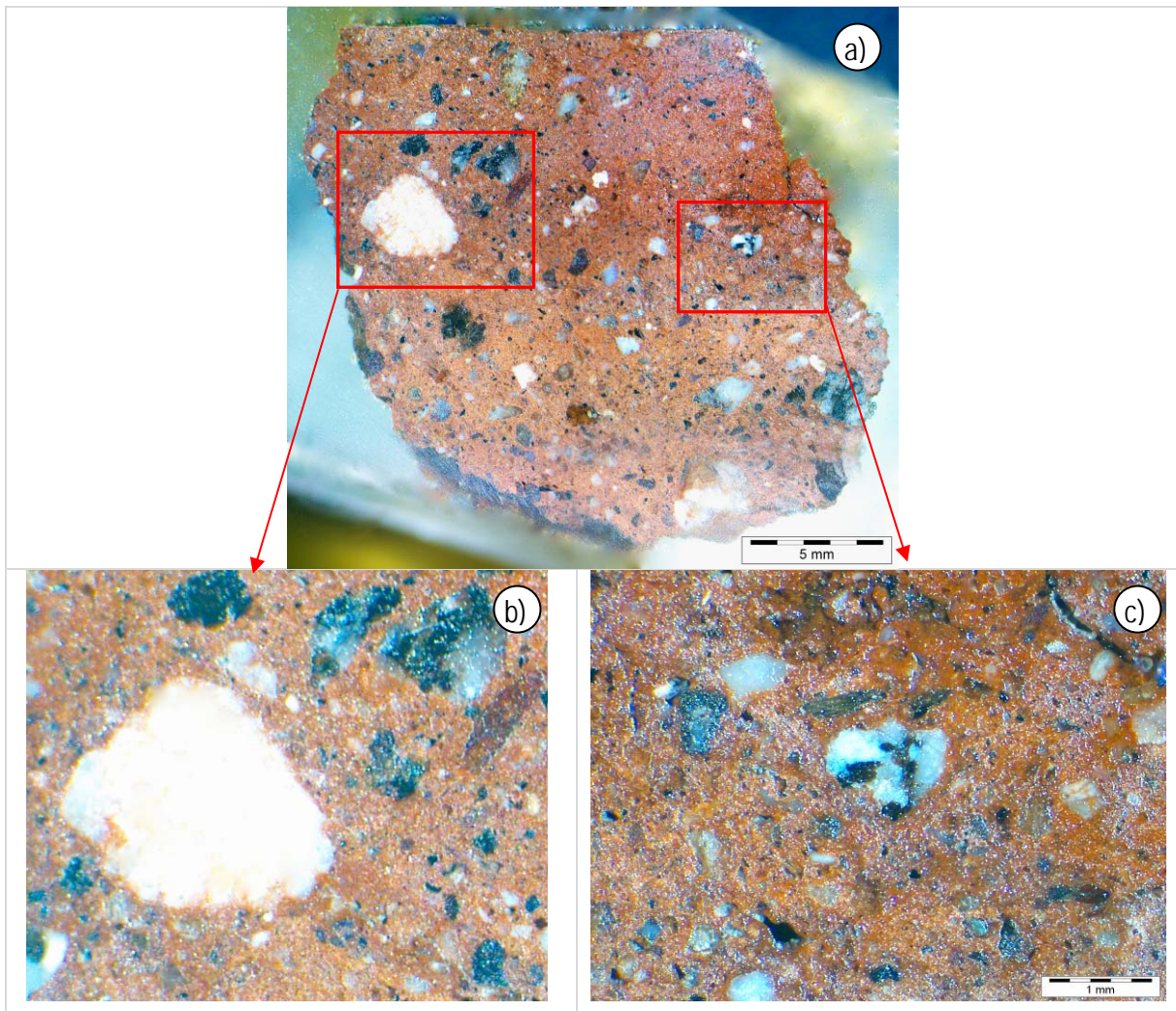


Figura 6 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P1 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b),c) Pormenores das zonas assinaladas na imagem (a) onde são visíveis os agregados escuros e os nódulos de cal.

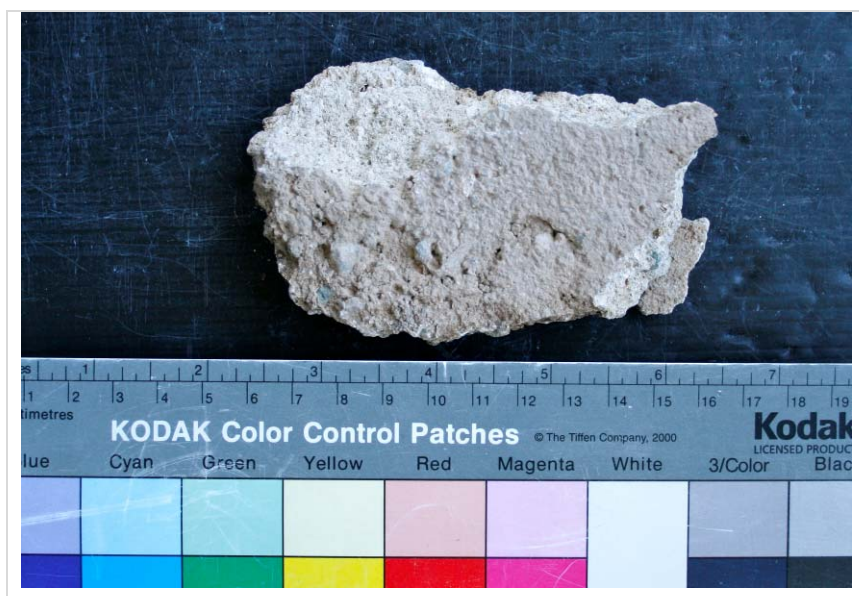


Figura 7 – Aspectos da observação macroscópica da amostra P2

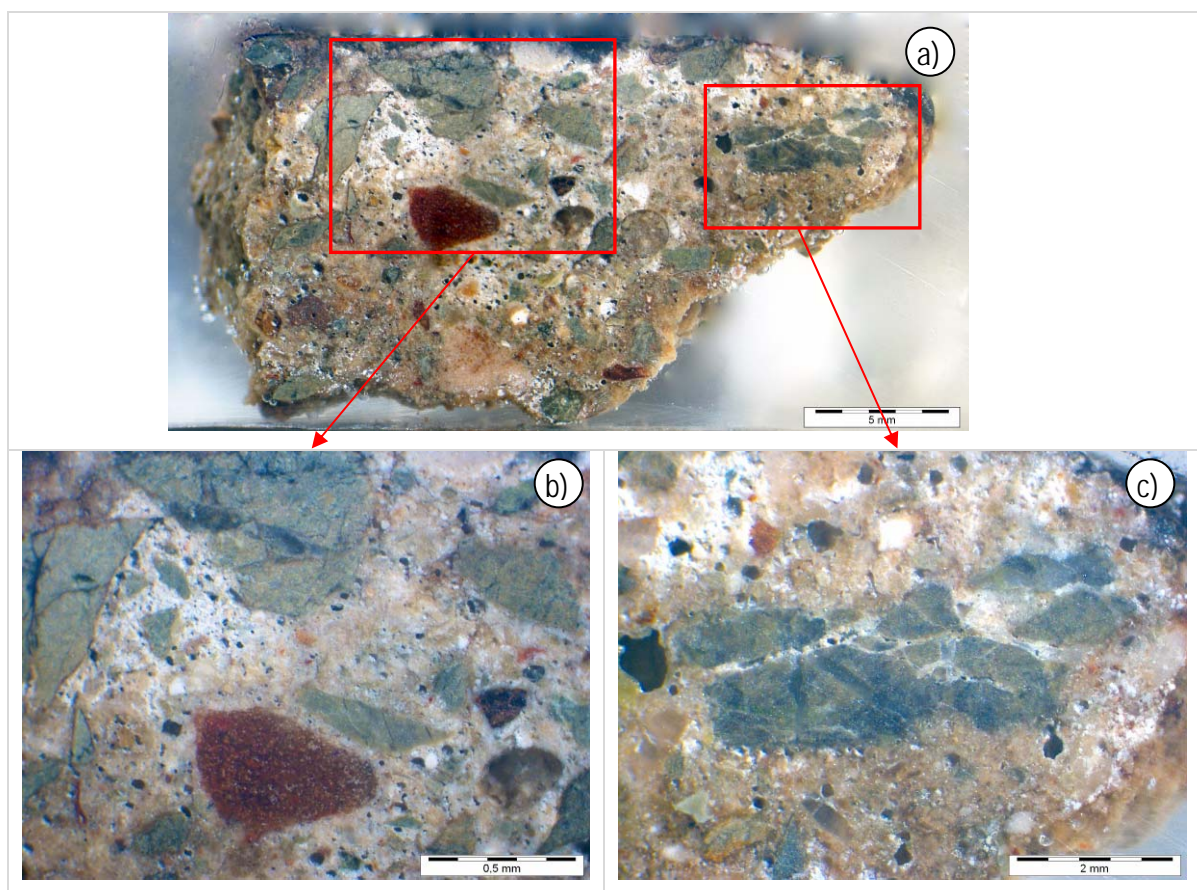


Figura 8 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P2 à lupa binocular a) Aspecto geral; b),c) Pormenores da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis os agregados verdes e vermelhos e escuros.

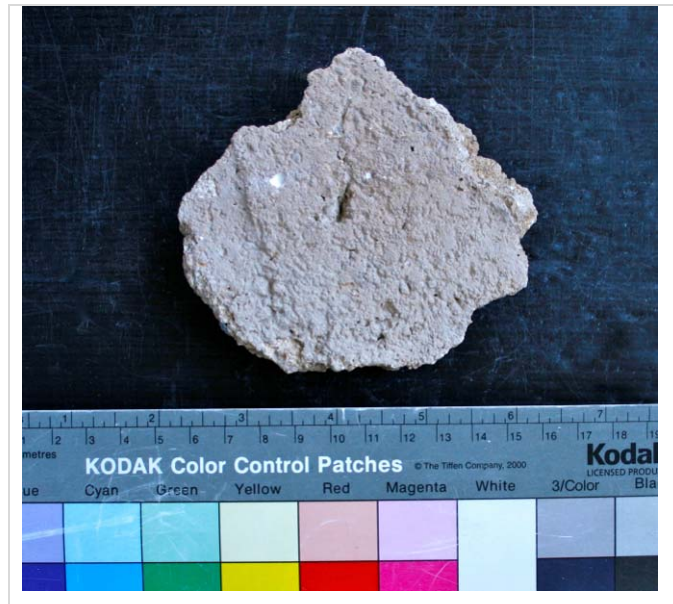


Figura 9 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P3

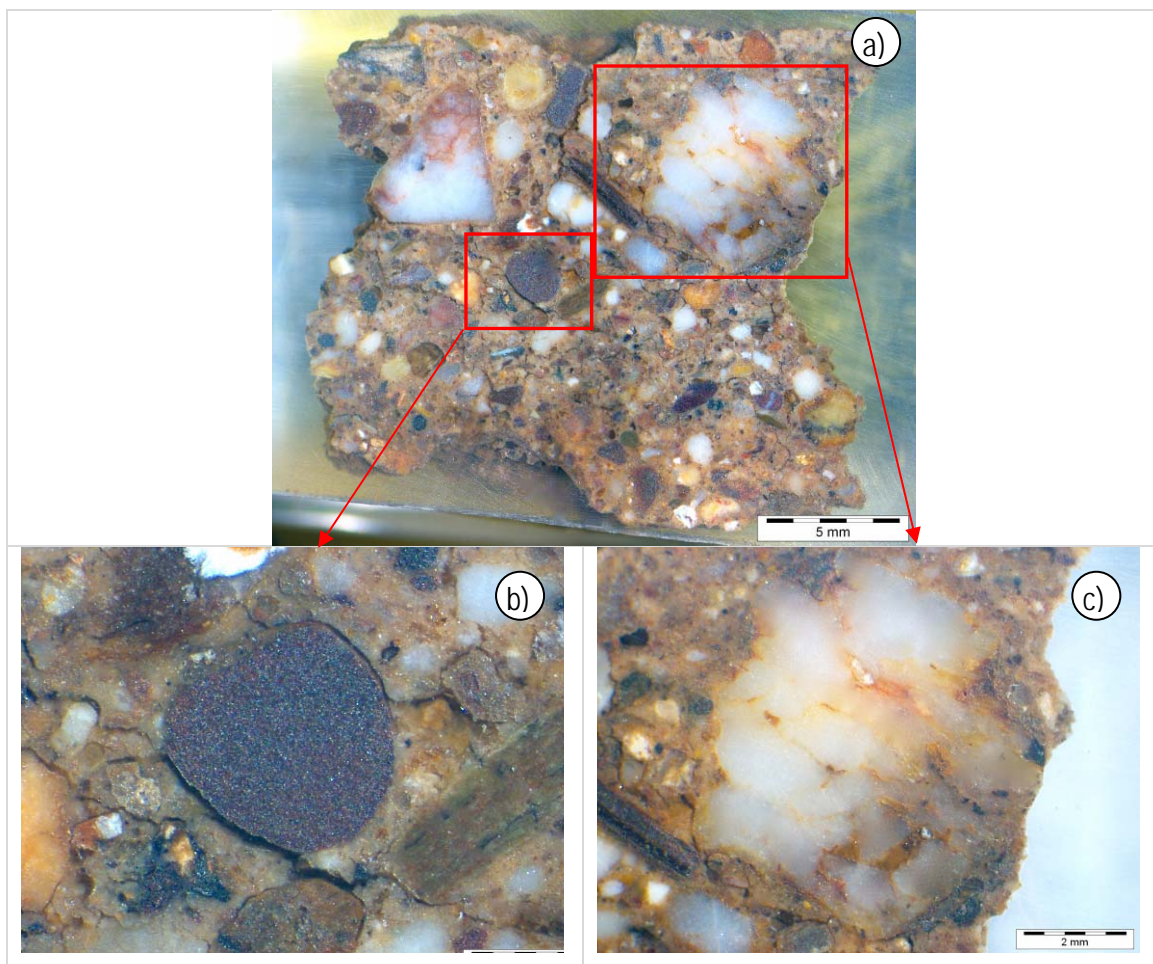


Figura 10 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P3 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b),c) Pormenores da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado rolado escuro (b) e um agregado silicioso do tipo quartzito (c).

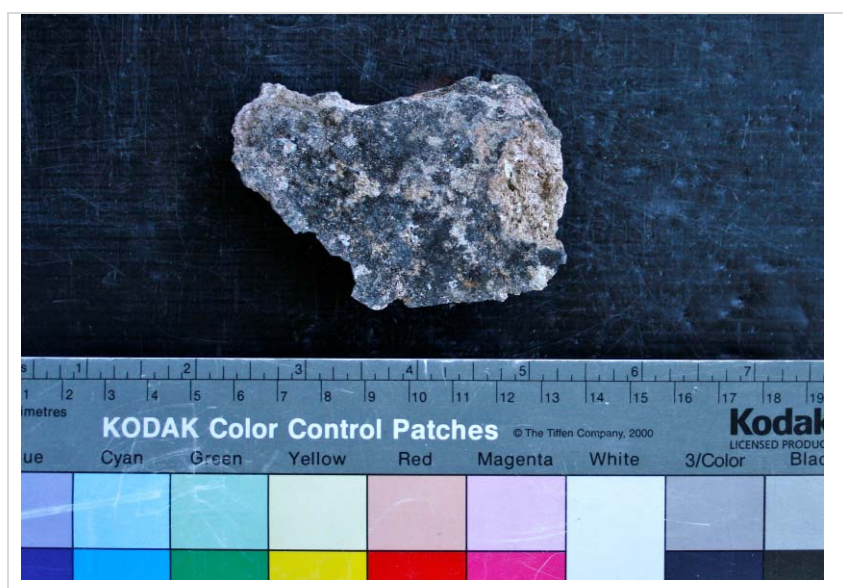


Figura 11 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P4.

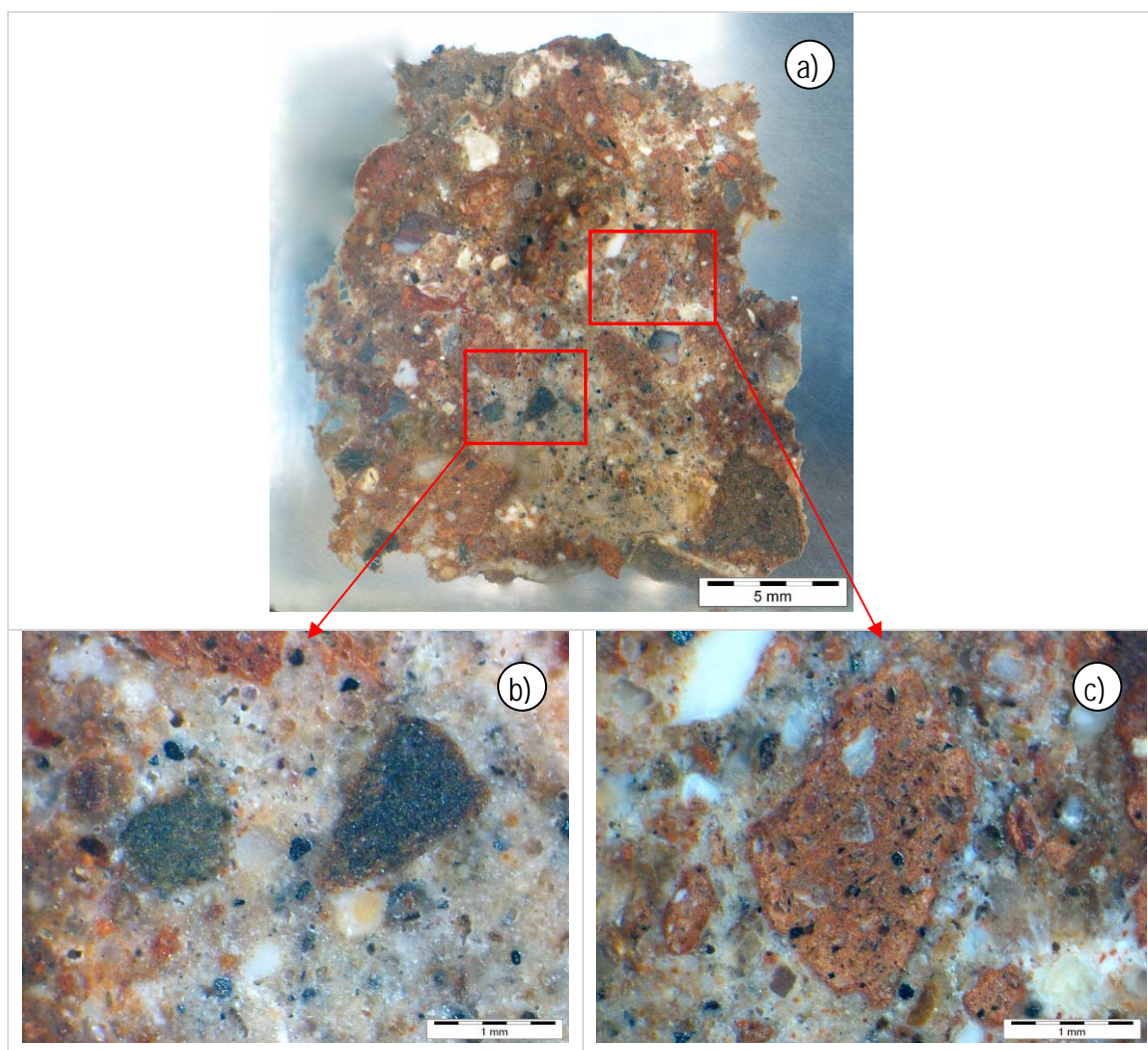


Figura 12 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P4 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis dois agregados escuros; c) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis nódulos de cal e fragmentos de tijolo.



Amostra P5 (figuras 13 e 14)

Argamassa de reboco proveniente da parede interna de um quarto (parede norte); tem fraca resistência mecânica e aspecto semelhante ao da amostra P3. Apresenta alguns nódulos brancos de cal (granulometria até 5 mm) e os agregados são siliciosos e cerâmicos (fragmentos de tijolo).

Amostra P6 (figuras 15 e 16)

Argamassa de revestimento da parede externa da *natatio* (lado sul) com a superfície externa com colonização biológica. Apresenta boa resistência mecânica, superior à das amostras precedentes. Observam-se grãos brancos de cal e agregados escuros, verdes (tipo xisto verde) e vermelhos (tijolo).

Amostra P7 (figuras 17 e 18)

Argamassa de revestimento da parede interna da *natatio* (lado sul, zona central), com resistência mecânica semelhante à da amostra P6. Apresenta vários nódulos brancos de cal e agregados maioritariamente de tijolo, observando-se ainda alguns quartzosos.

Amostra P8 (figuras 19 e 20)

Argamassa de reboco extraída duma parede interna do mausoléu (parede sudoeste). Apresenta um aspecto muito argiloso, com uma pasta castanha com nódulos de cal e uma grande e variada quantidade de agregados, nomeadamente de tijolo, quartzo/quartzito, xisto verde e pretos (rochas granitóides) e restos de conchas. Apresenta boa resistência embora mais fraca que a da amostra P7.

Amostra PM (figuras 21 e 22)

Argamassa de reboco com fraca resistência mecânica recolhida numa parede interna (lado norte) dum moinho de água situado ao lado da barragem (a cerca de 200 m da *villa*). Apresenta um aspecto muito heterogéneo em termos do tipo de agregados (quartzo, rochas granitóides, xisto, fragmentos de tijolo) e nódulos brancos de cal.

Amostra PB1 (figuras 23 e 24)

Argamassa de revestimento com fraca resistência mecânica retirada na parte central (lado este) da barragem. Apresenta agregados variados, quer na cor como na dimensão, com predominância de agregados xistosos cinza-amarelados. A pasta é de coloração clara e aparenta ter pequenos fragmentos de tijolo disseminados. Em outras zonas do revestimento da barragem foram detectados e recolhidos alguns nódulos brancos de cal de grande dimensão (< 30 mm de diâmetro), que sugerem que a pasta de cal foi aplicada mal dispersa no agregado, o que pode justificar a sua fraca resistência mecânica.



Figura 13 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P5.

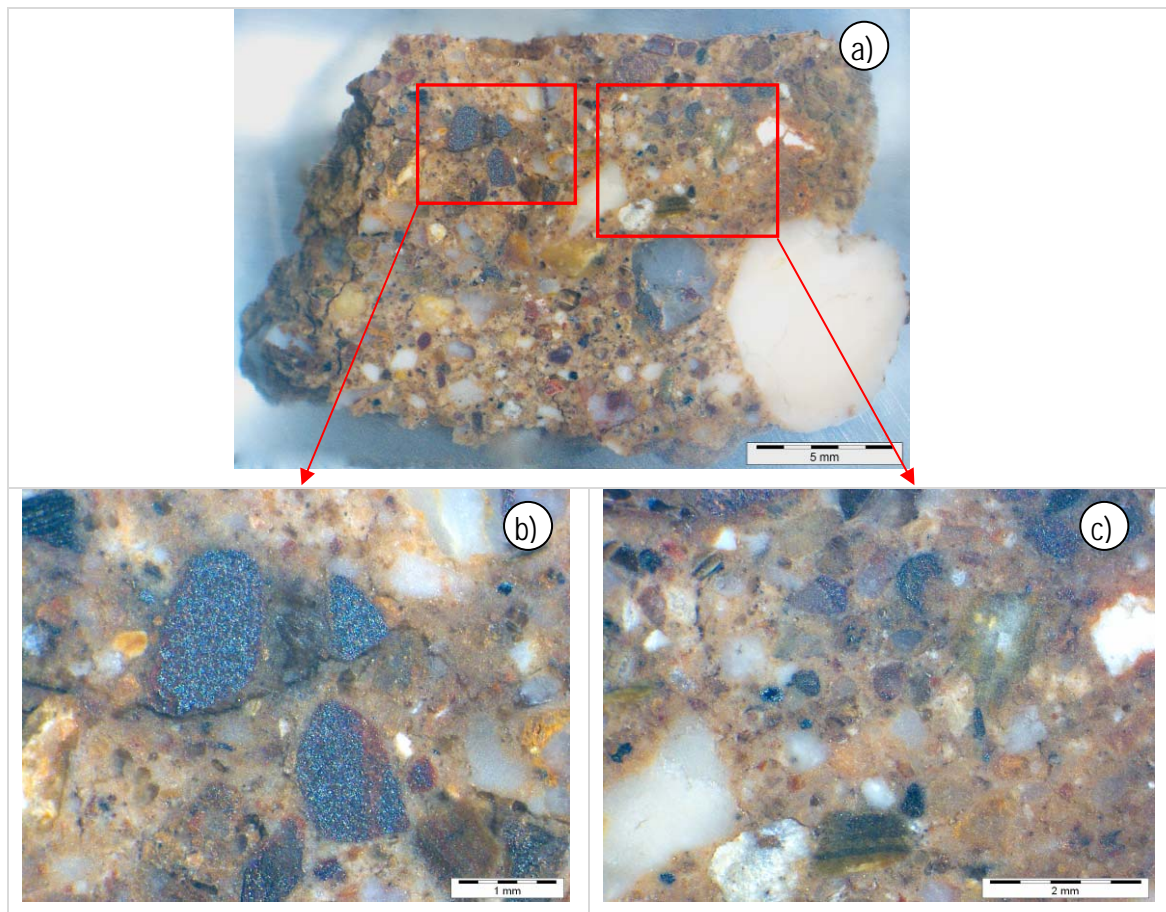


Figura 14 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P5 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) e c) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados escuros, grãos de quartzo e alguns agregados verdes (tipo xisto) e vermelho-acastanhados (tipo tijolo).

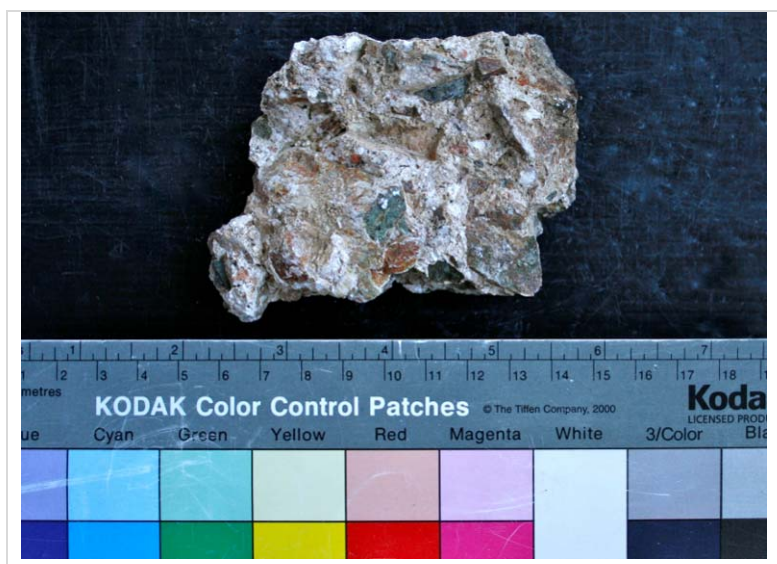


Figura 15 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P6.

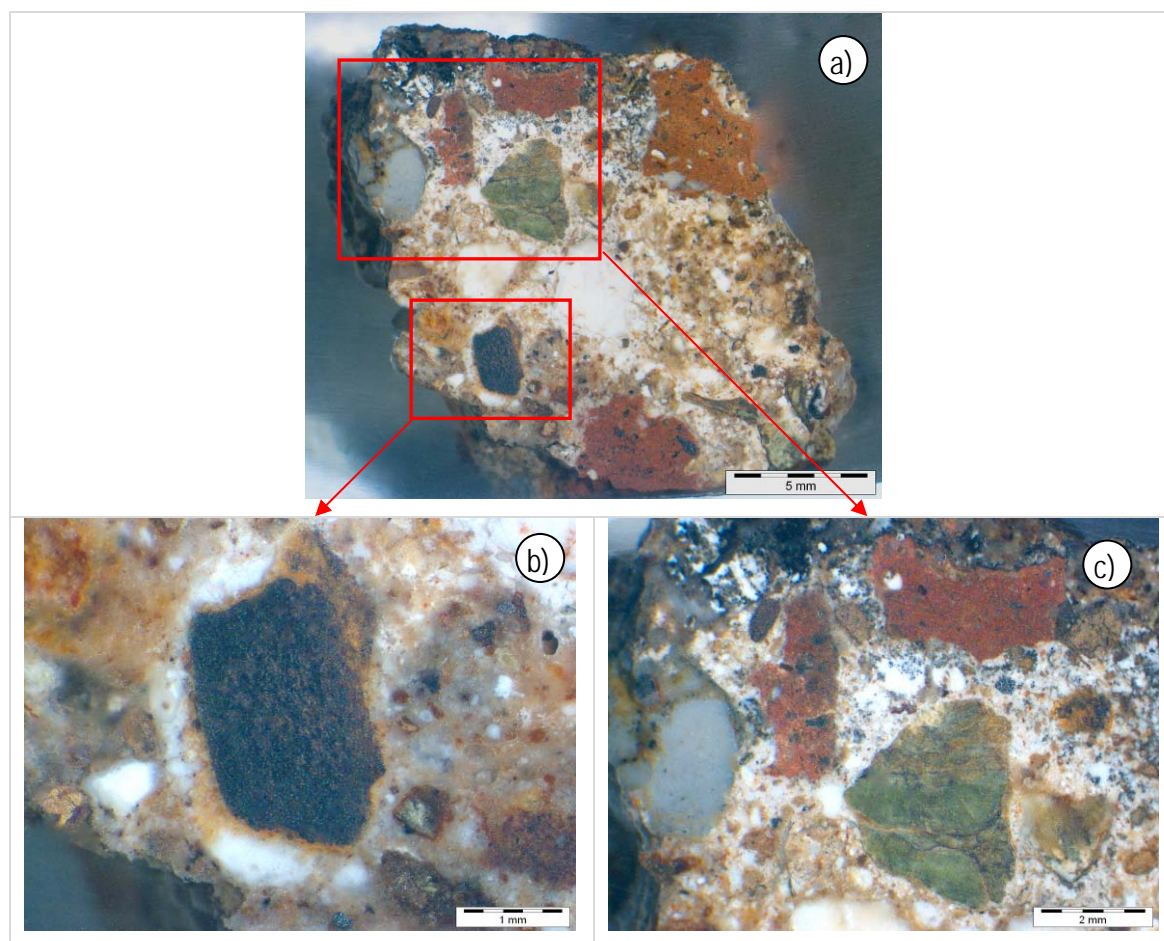


Figura 16 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P6 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado escuro com uma orla de reacção acastanhada; c) Pormenor onde são visíveis agregados vermelhos (tijolo), verdes (tipo xisto) e claros (quartzo).

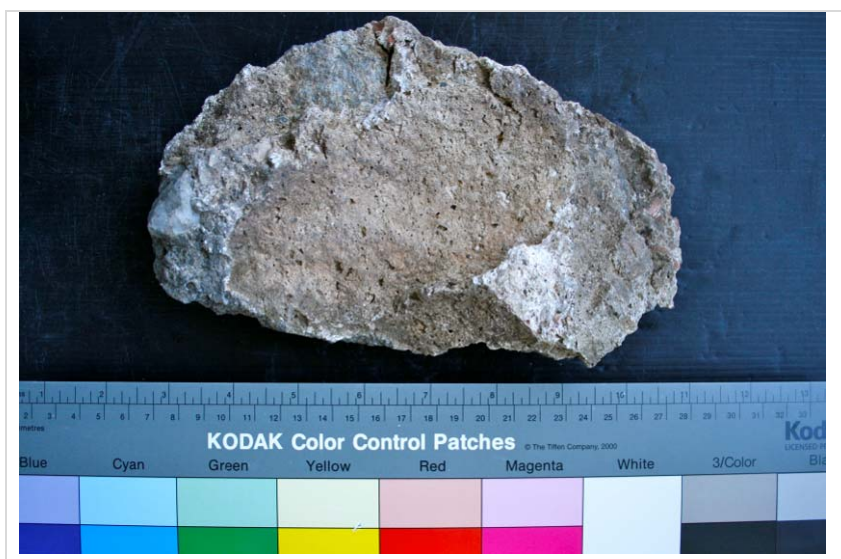


Figura 17 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P7.

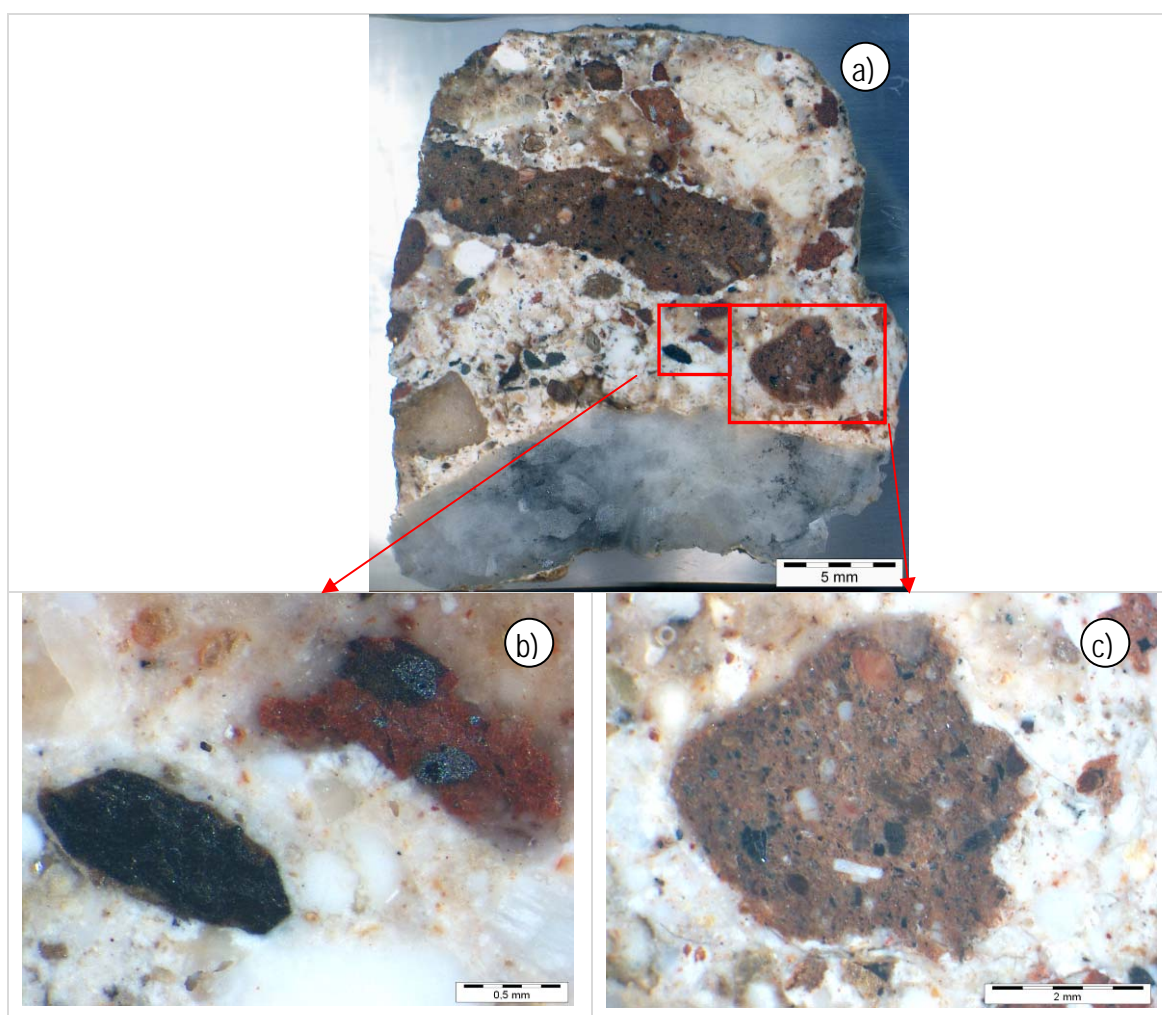


Figura 18 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P7 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados escuros e vermelhos (tipo tijolo); c) Pormenor da pasta da argamassa em torno dum fragmento de tijolo (diferente do mostrado no pormenor (b)).



Figura 19 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de P8.

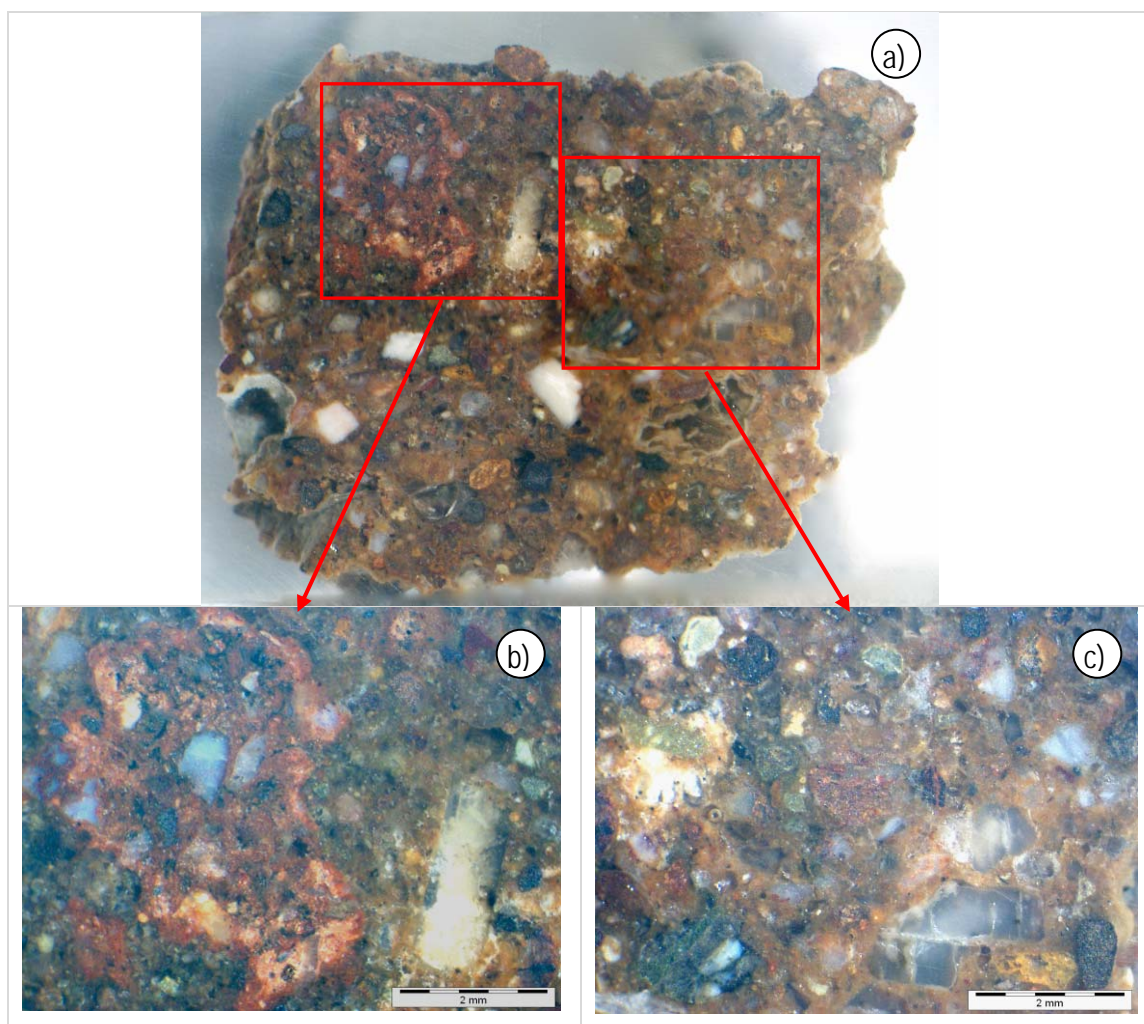


Figura 20 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento P8 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um grande agregado de tijolo, mas nota-se também a variabilidade de outros tipos de agregado; c) Outro pormenor da argamassa onde ocorrem agregados de quartzo e xisto.

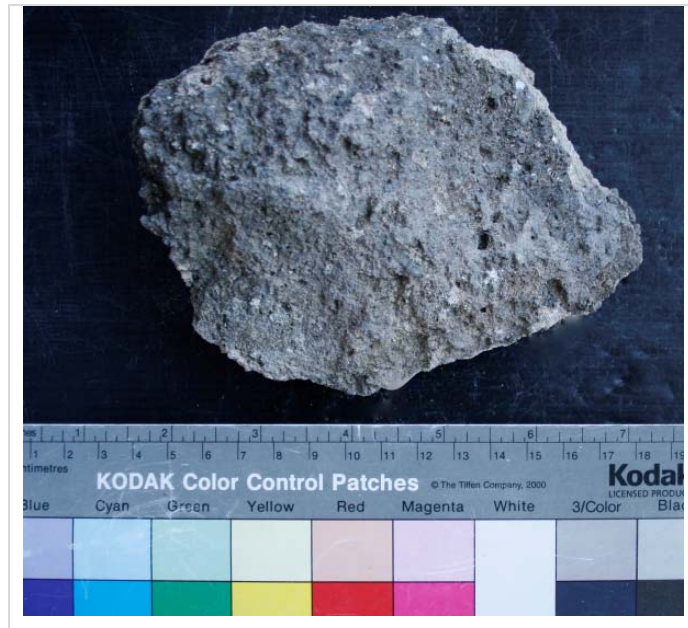


Figura 21 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PM.

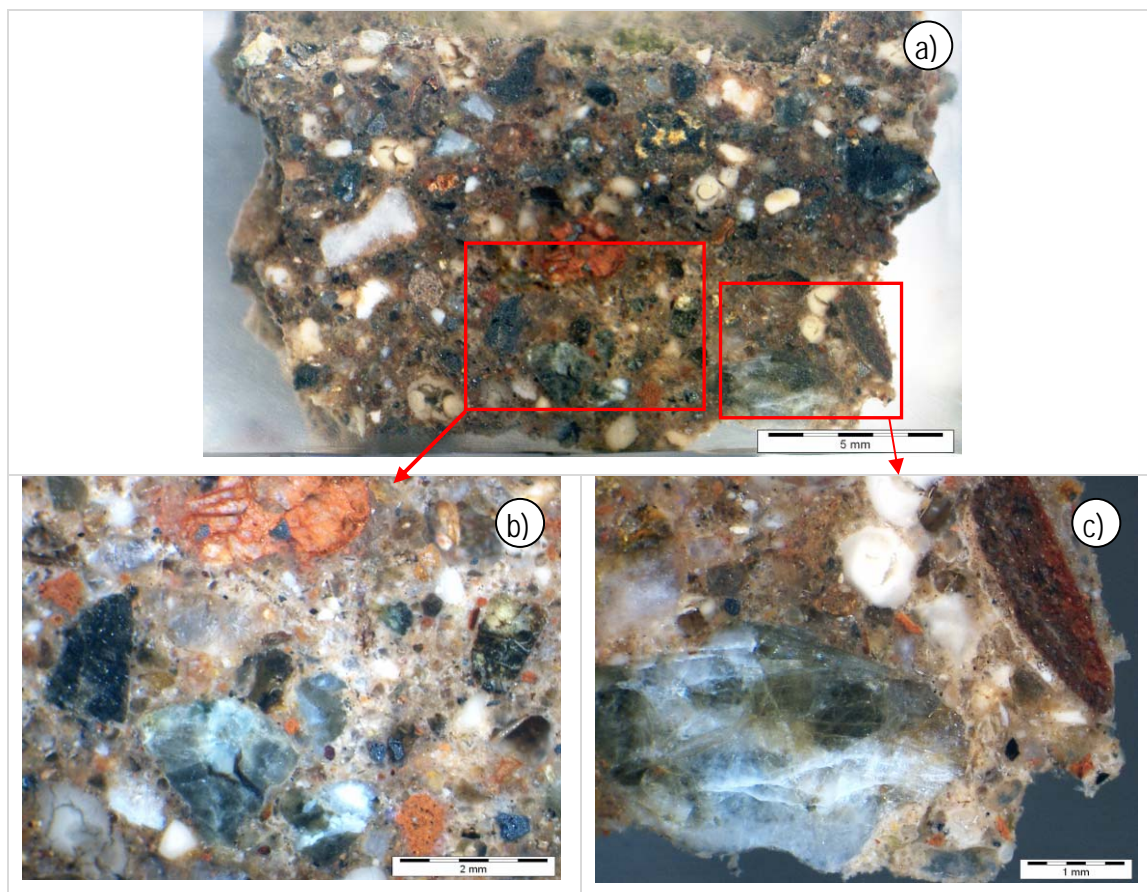


Figura 22 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PM à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde são visíveis agregados vermelhos (tijolo), escuros (rochas granitóides e claros (quartzosos); c) Outro pormenor da argamassa onde além dum fragmento grande quartzoso, ocorrem nódulos brancos de cal e pequenos fragmentos de tijolo (tipo *cocciopesto*).

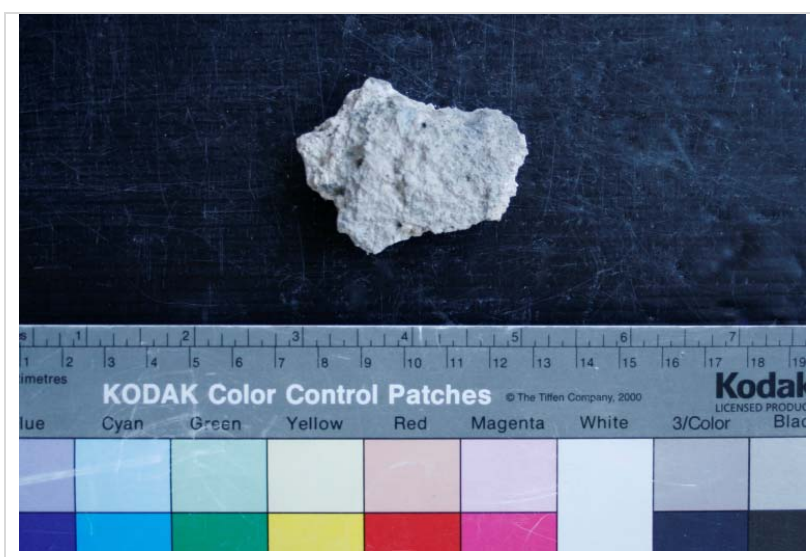


Figura 23 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PB1.

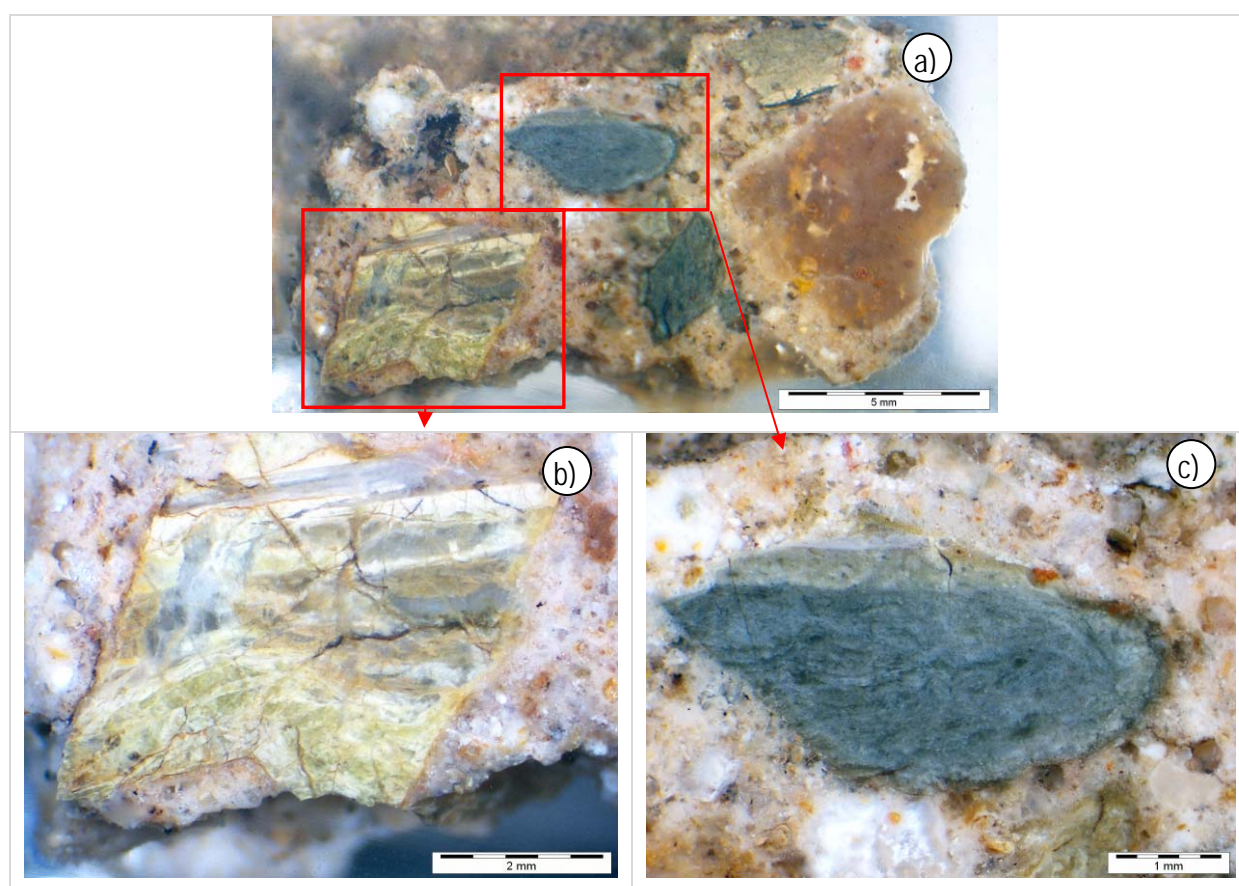


Figura 24 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PB1 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado amarelado (xisto alterado); c) Outro pormenor da argamassa onde pode-se ver um agregado cinza-verde (tipo xisto).

Amostra PB2 (figuras 25 e 26)

Argamassa de revestimento com fraca resistência mecânica retirada também na parte central (lado este) da barragem e de aspecto muito semelhante ao da amostra PB1.

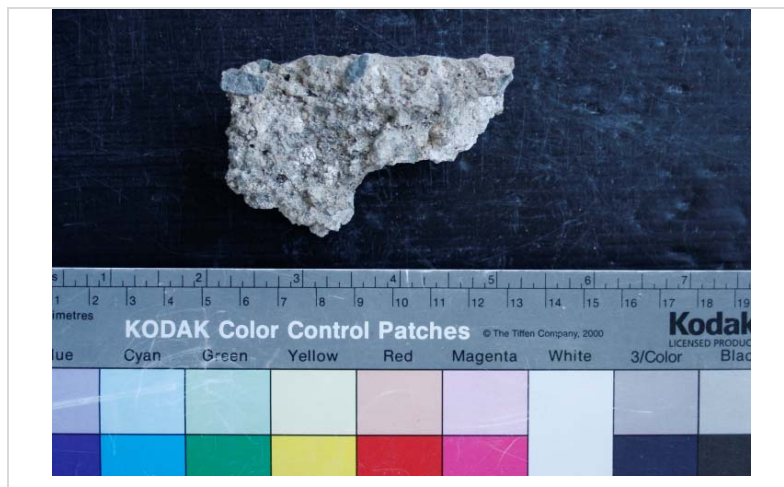


Figura 25 – Aspectos da observação macroscópica da amostra de PB2.

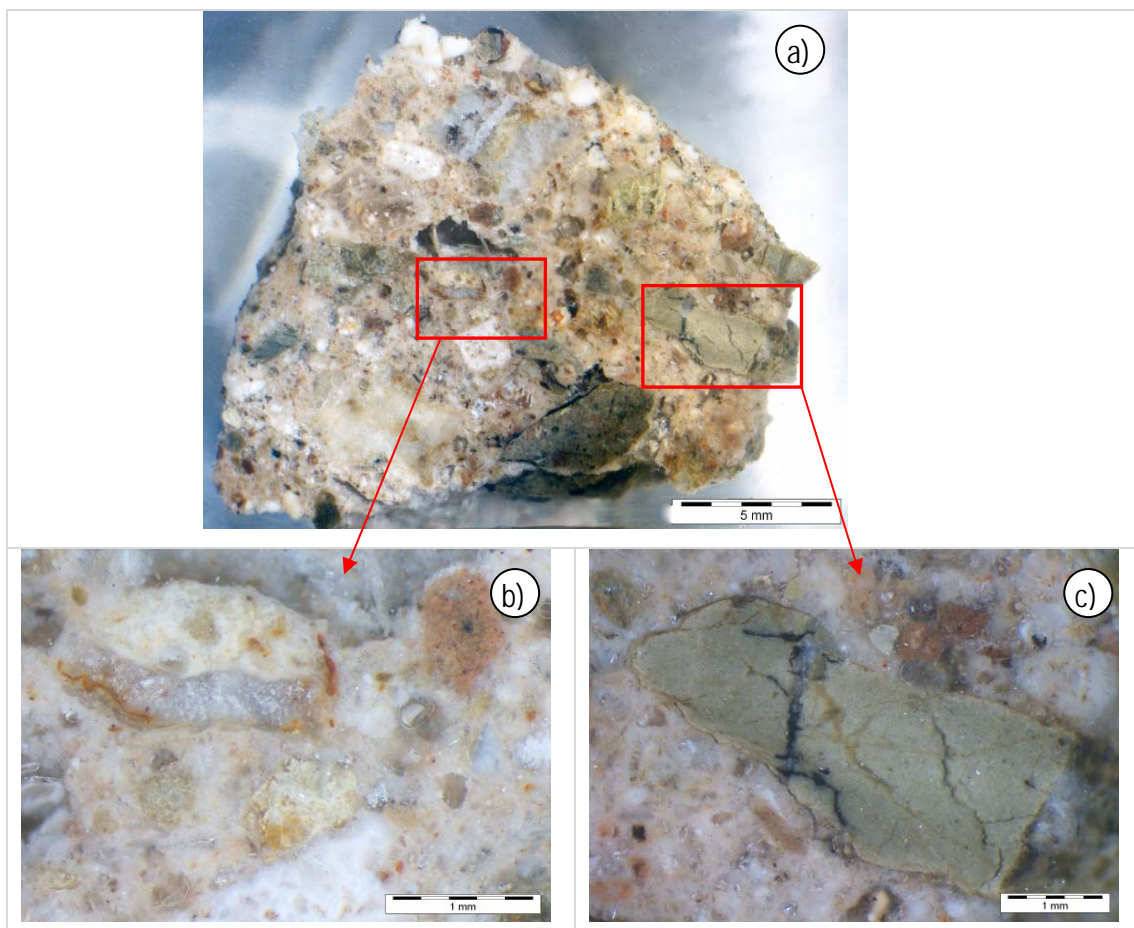


Figura 26 – Observação estratigráfica da amostra de revestimento PB2 à lupa binocular: a) Aspecto geral; b) Pormenor da zona assinalada na imagem (a) onde é visível um agregado claro (provavelmente quartzoso); c) Outro pormenor da argamassa onde se observa um agregado cinza-verde (tipo xisto) bastante microfissurado.



### 3.3 – Microscopia óptica de polarização (petrografia)

Com o objectivo de se avaliar a natureza mineralógica dos agregados empregues e a confirmação da presença de aditivos pozolânicos e/ou a formação de produtos de neoformação, procedeu-se à análise ao microscópio óptico de polarização (petrografia) de lâminas delgadas [9] das argamassas P1, P2, P3, P6, P8 e PB1, que se verificou por DRX serem as amostras mais representativas de todo o conjunto em análise. Estas análises foram efectuadas utilizando um microscópio de polarização da marca Olympus BX60 com sistema de vídeo para aquisição de imagens.

Nas figuras 27 a 32 apresentam-se os aspectos mais significativos das observações efectuadas.

#### Amostra P1 (figura 27):

A argamassa apresenta baixa porosidade e algumas microfissuras, e a cal carbonatada, embora em diminuta quantidade, encontra-se bem distribuída.

Entre os agregados distinguem-se grãos de quartzo–feldspato deformado, tipo granadorito ou gneisse anfibolítico (fig. 27c); encontram-se ainda rochas muito alteradas e ferromagnesianas, tipo rochas ígneas oxidadas (facilmente alteráveis), e entre os feldspatos nota-se a plagioclase. São evidentes também piroxenas (fig. 27c,g) e anfíbolos (fig. 27c,e), e difusas inclusões de óxidos de ferro; além de vários fragmentos de tijolo e/ou pó de cerâmica uniformemente distribuídos na pasta. A concentração de tijolo é maior na superfície externa da amostra (fig. 27a) o que, associado à orientação paralela dos agregados comparativamente à superfície da amostra, é indiciador de que a argamassa foi bem apertada durante a aplicação.

#### Amostra P2 (figura 28):

Amostra muito alterada e com aspecto de ter sido lixiviada, embora se notem ainda alguns nódulos brancos de cal. A porosidade é elevada (figura 28b), e aumenta em profundidade na amostra, o que se presume seja devido à lixiviação.

O tipo de agregados predominante são agregados xistosos de cor verde, de grande dimensão, provenientes de rochas ígneas ácidas, muito alterados em resultado da reacção no ambiente básico da cal. Nota-se ainda a presença de feldspatos e óxidos de ferro, estes últimos com indícios de terem migrado e se terem concentrado formando precipitações avermelhadas (fig. 28e). Nota-se ainda a presença de piroxenas (fig. 28c), mica e serpentina (fig. 28d), com indícios de alteração (serpentinização, fig.28e) provavelmente já após a introdução na argamassa.

São evidentes também alguns minerais resultantes de alteração das rochas originais, nomeadamente clorite e epidoto; além da presença de colonização microbiológica (fig. 28a).

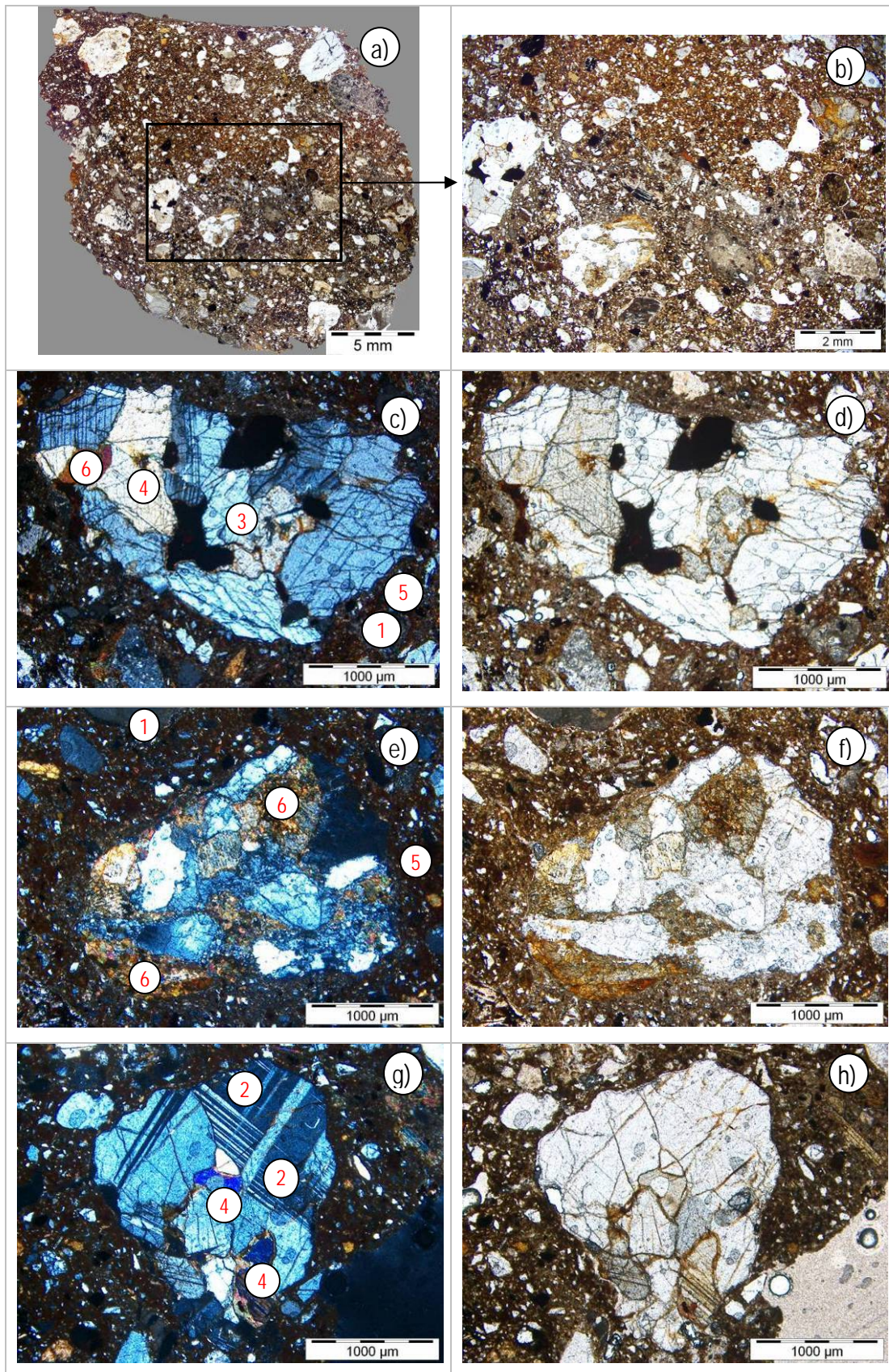


Figura 27 – Observação da argamassa P1 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (c,e,g) e cruzados (a,b,d,f,h), evidenciando agregados granadoríticos bem envolvidos pela pasta de cal carbonatada. Notação: 1. nódulo de cal; 2. plagioclase; 3. quartzo; 4. piroxenas; 5. fragmentos cerâmicos/tijolo; 6. anfíbola.

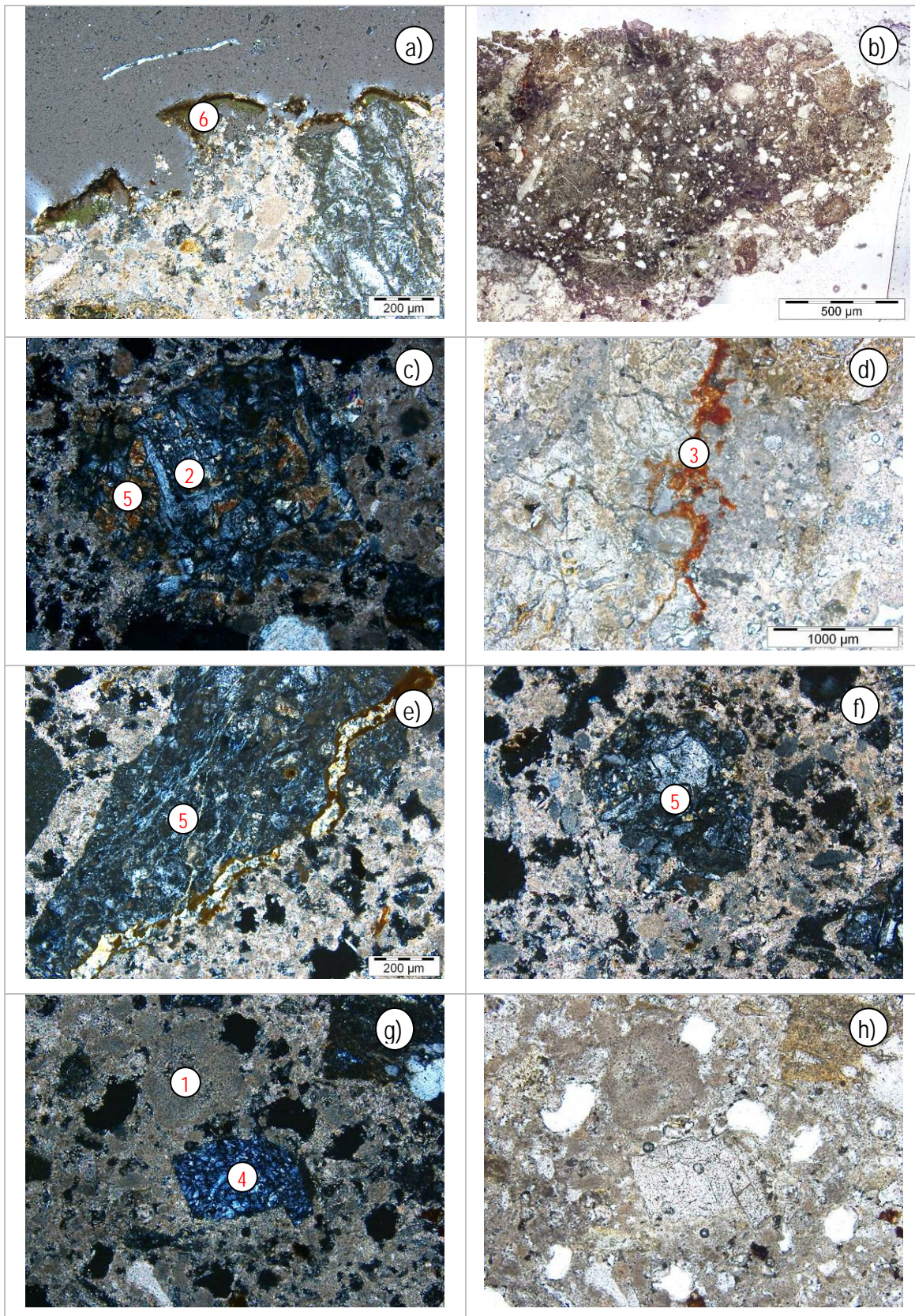


Figura 28 – Observação da argamassa P2 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (c,e) e cruzados (a,b,d), evidenciando a diferente mineralogia dos agregados e a presença de nódulos de cal. Notação: 1. Nódulo de cal; 2. Piroxena; 3. óxidos de ferro; 4. Clorite; 5. Serpentina; 6. colonização microbológica.

### Amostra P3 (figura 29):

A pasta apresenta um aspecto heterogéneo com elevada proporção de agregados e alguns nódulos de cal (fig. 29a). Relativamente aos agregados, a sua morfologia varia entre rolados a subangulosos, que são predominantemente de origem quartzosa, do tipo monominerálico e rochas quartzíticas (fig. 29a), para além de feldspatos, fragmentos cerâmicos (tijolo), óxidos de ferro e pequenas quantidades de agregados xistosos (fig. 29a,c), anfíbola, mica (fig. 29e), clorite e minerais argilosos. A morfologia subangulosa é indiciadora do contacto dos agregados com uma fonte de água, revelando que se tratam de agregados provenientes dum curso de água próximo.

De referir, a presença de dois tipos de fragmentos cerâmicos (tijolo, fig. 29e), um bem definido e outro mais degradado devido à reacção com o ambiente básico da cal. Nota-se que o mais alterado (mais pozolânico) se desagregou com libertação de material, que se concentrou nas interfaces de outros agregados. O tipo de tijolo usado parece também ter sido reciclado de material doméstico, uma vez que se observa uma camada externa escura que se supõe ter sido obtida em resultado de um tratamento específico (ex. alisamento ou esmaltagem).

A cal aparenta ter sido mal calcinada, pois são evidentes pormenores de cal cristalina (fig. 29c). Nota-se também uma grande quantidade de microfracturas e uma microporosidade mais elevada, comparativamente com a amostra P2, o que pode explicar a sua menor resistência mecânica.

### Amostra P6 (figura 30):

Comparativamente à amostra P3 nota-se uma diminuição da quantidade de agregados quartzosos e de nódulos de cal. O tipo de agregados predominantes é de aparência semelhante à da amostra P2, isto é, agregados xistosos de grande dimensão e de cor verde, fortemente alterados (fig. 30a). Existem ainda vestígios da rocha ígnea original (no centro da figura 30c), que foi parcialmente alterada, provavelmente, em resultado da reacção em ambiente básico com a cal.

Detectam-se também sinais evidentes de reacções pozolânicas, nomeadamente devido ao emprego de agregados cerâmicos (tijolo), que reagiram com a cal o que levou à formação de auréolas castanhas em torno dos agregados e preenchendo microfissuras na pasta de cal (fig. 30c). Nesta amostra também foram observados pelo menos dois tipos de fragmentos cerâmicos, provavelmente semelhantes aos da amostra P3.

Observou-se ainda a presença de anfíbolas (fig. 30e), no interior dos agregados de xisto verde, o que corrobora a hipótese dos agregados serem de origem aluvionar. A presença de anfíbolas nos agregados foi o aspecto que mais ressaltou da análise petrográfica. De acordo com a carta geológica de Beja e do Sul de Portugal, a origem mais provável destes agregados é na zona próxima da *villa*, junto ao Rio Guadiana.

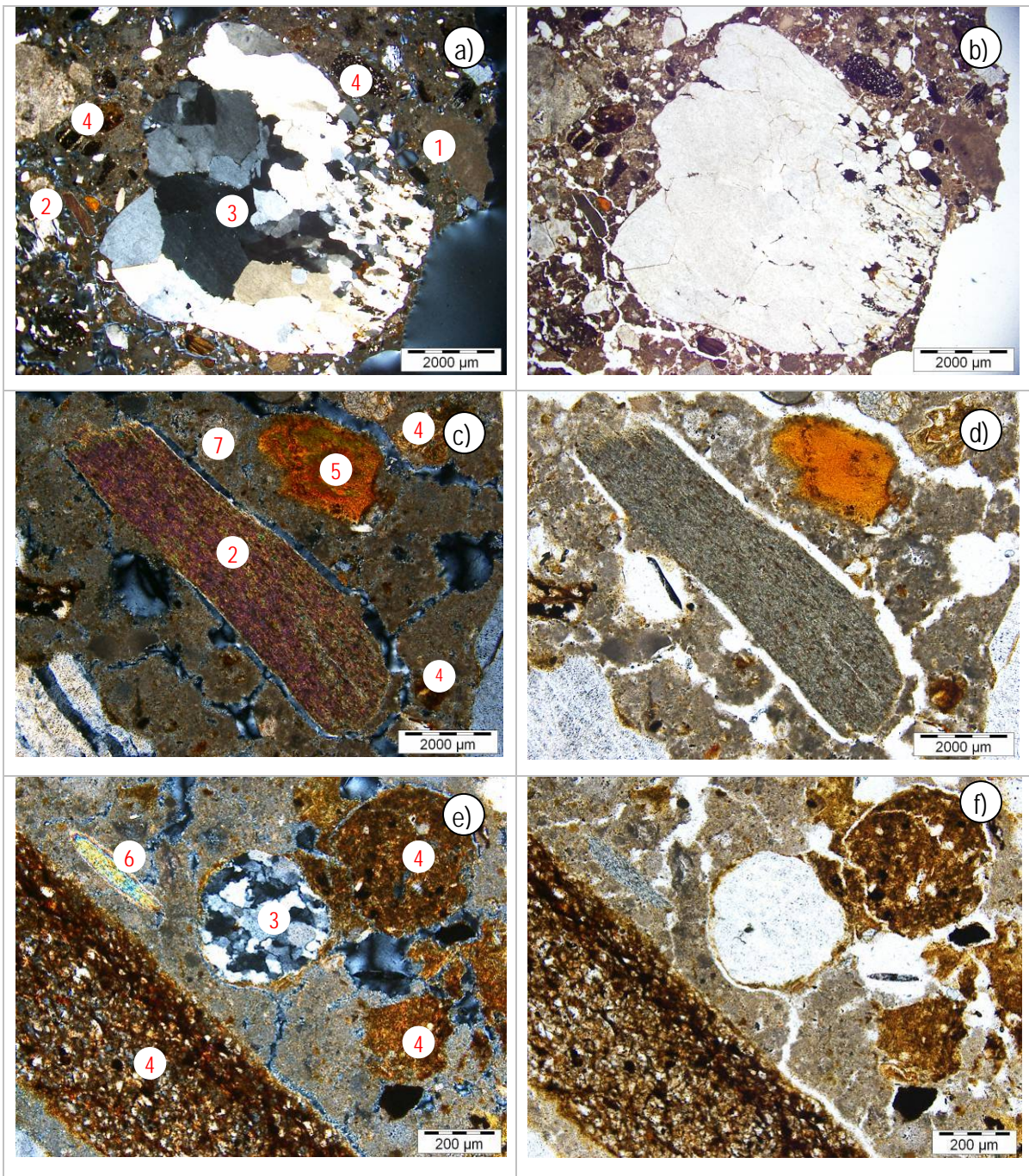


Figura 29 – Observação da argamassa P3 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f), evidenciando a diferente mineralogia dos agregados e a presença de nódulos de cal. Notação: 1. Nódulo de cal; 2. Xisto; 3. quartzito; 4. fragmentos cerâmicos – tijolo; 5. Óxidos de ferro; 6. Mica; 7. Cal cristalina.

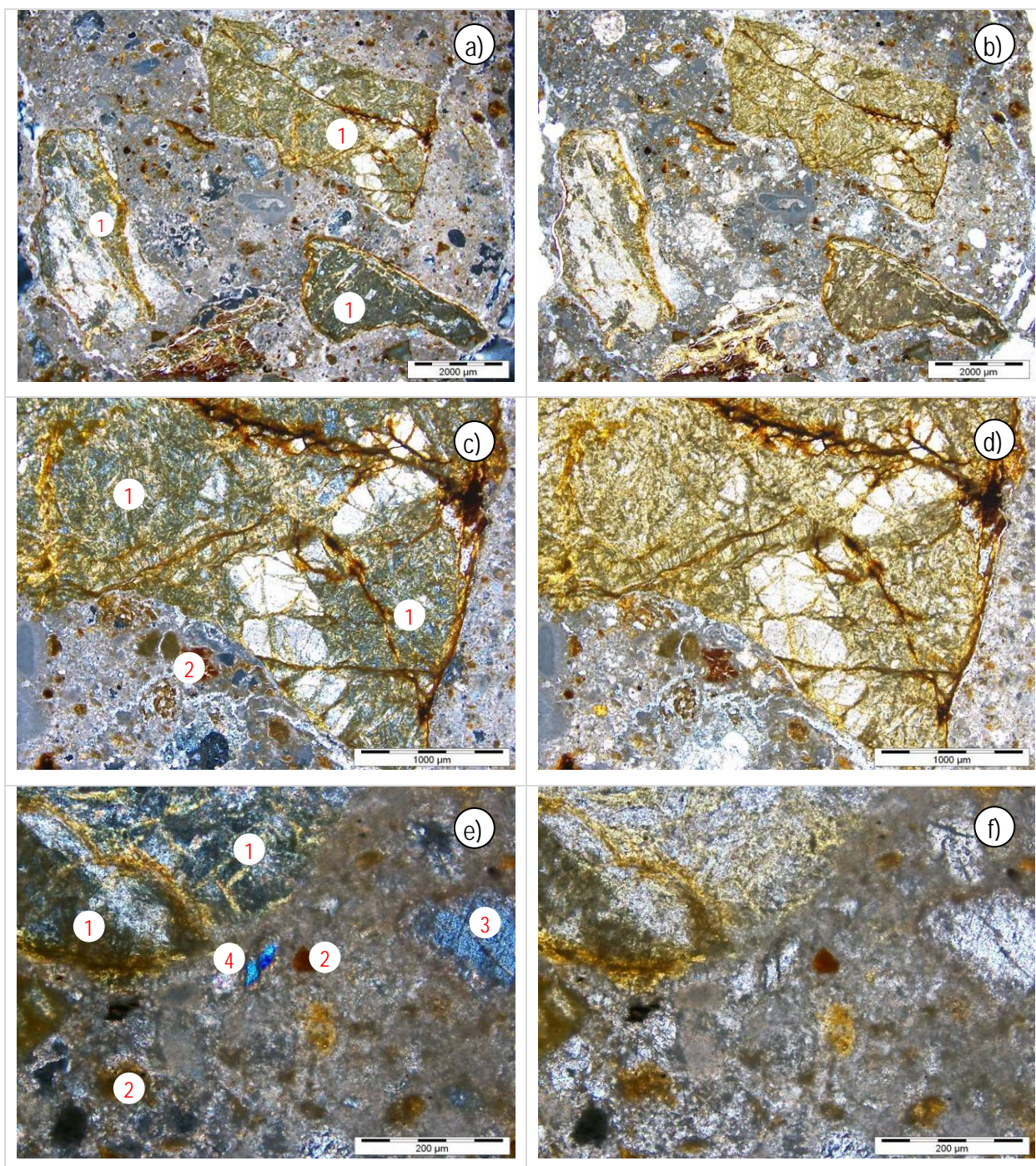


Figura 30 – Observação da argamassa P6 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f): Notação: 1. rocha ígnea ácida muito alterada; 2. fragmentos cerâmicos – tijolo; 3. filossilicato; 4. anfíbola.

#### Amostra P8 (figura 31):

Amostra semelhante à P3, com uma grande quantidade de fragmentos cerâmicos (tijolo) e nódulos de cal, além de fragmentos quartzosos com óxidos de ferro (figura 31c). Nota-se também a presença de produtos argilosos, e de rochas ígneas ácidas (figura 31g), além de produtos de neoformação nas interfaces dos agregados decorrentes das reacções pozolânicas (figura 31e) da cal com os agregados.

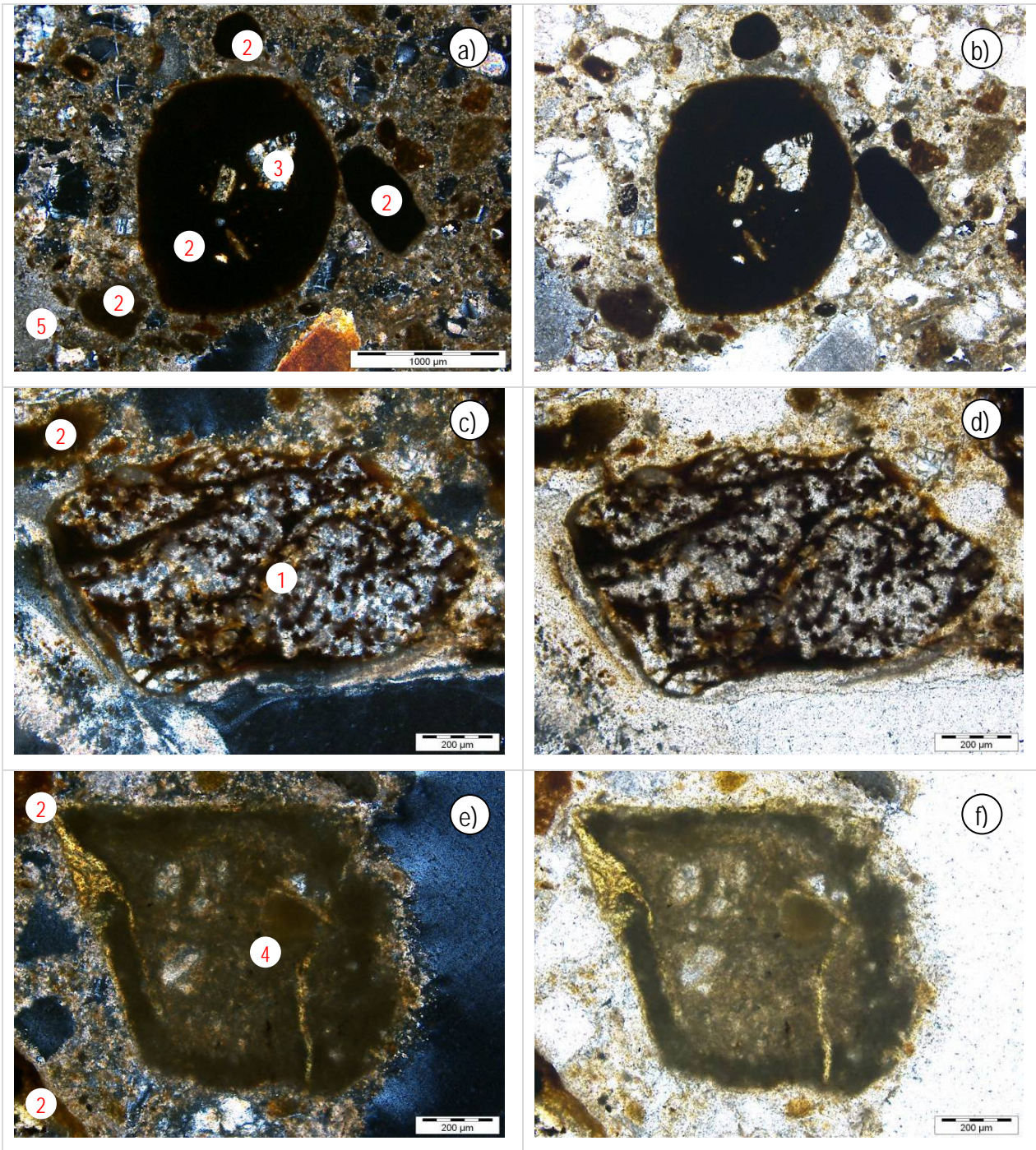


Figura 31 – Observação da argamassa P8 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c,e) e cruzados (b,d,f). Notação: 1. Rocha carbonática; 2. Fragmentos cerâmicos – tijolo; 3. quartzito; 4. Xisto; 5. Nódulos de cal.

Amostra PB1 (figura 32):

Amostra em que a carbonatação ocorre de forma homogénea e com alguns nódulos de cal mal calcinada (fig. 32f).

Os minerais dos agregados encontram-se muito alterados, por ex. feldspatos (fig. 32c), piroxenas, e anfíbulas, além de se observarem fragmentos de xisto (fig. 32d) e de tijolo acompanhados de óxidos de ferro, que induziram a formação de produtos de reacção. Os agregados são também heterogêneos em termos de tamanho e da sua distribuição, o que pode justificar a fraca resistência mecânica da argamassa.

Na pasta são evidentes microfissuras e vazios irregulares, formados pela lixiviação da pasta em resultado da exposição à acção da água e ambiental. Apresenta ainda indícios de colonização biológica, fundamentalmente localizada na superfície mais externa.

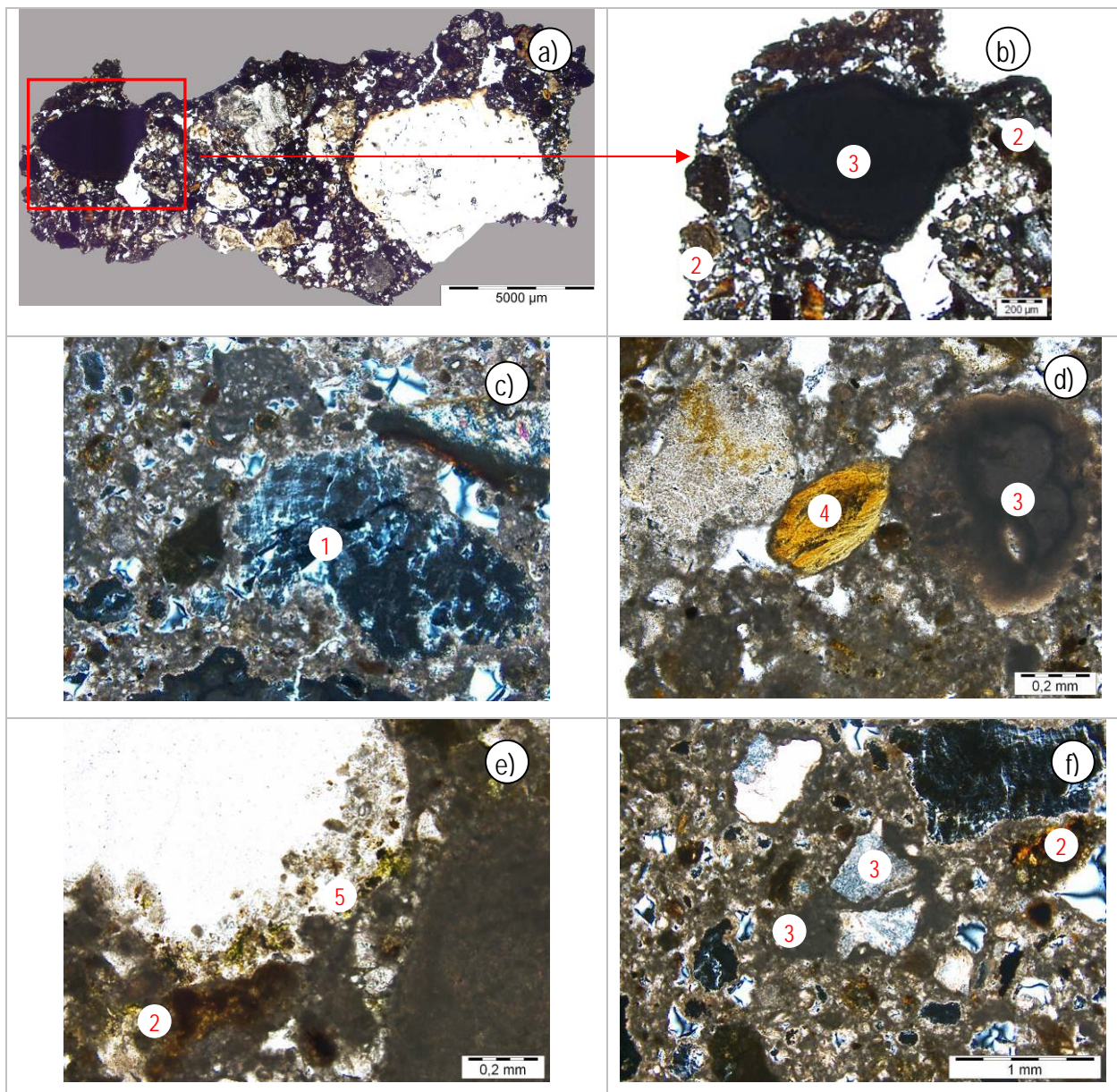


Figura 32 – Observação da argamassa PB1 em lâmina delgada ao microscópio petrográfico, em nicóis paralelos (a,c) e cruzados (b,d). Notação: 1. Feldspato; 2. fragmentos cerâmicos (tijolo); 3. nódulo de cal; 4. Xisto; 5. Resíduo biológico.



### 3.4 – Análise mineralógica por difractometria de raios X (DRX)

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

Das amostras de argamassa prepararam-se, quando possível, dois tipos de sub-amostras ou fracções. Uma das fracções, que corresponde à argamassa tal qual, foi denominada de global, e foi obtida pela moagem da argamassa já desagregada, de modo a que todas as partículas assumam um tamanho suficiente para passarem numa malha de peneiro de 106  $\mu\text{m}$ . A outra fracção, que é mais concentrada no ligante, foi denominada de fracção fina e foi obtida a partir do material fino que se soltou da amostra durante a sua desagregação, e que passa no peneiro de malha 106  $\mu\text{m}$ .

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

Nas figuras 33 a 42 apresentam-se os registos difractométricos obtidos e no quadro 3 as composições mineralógicas obtidas.

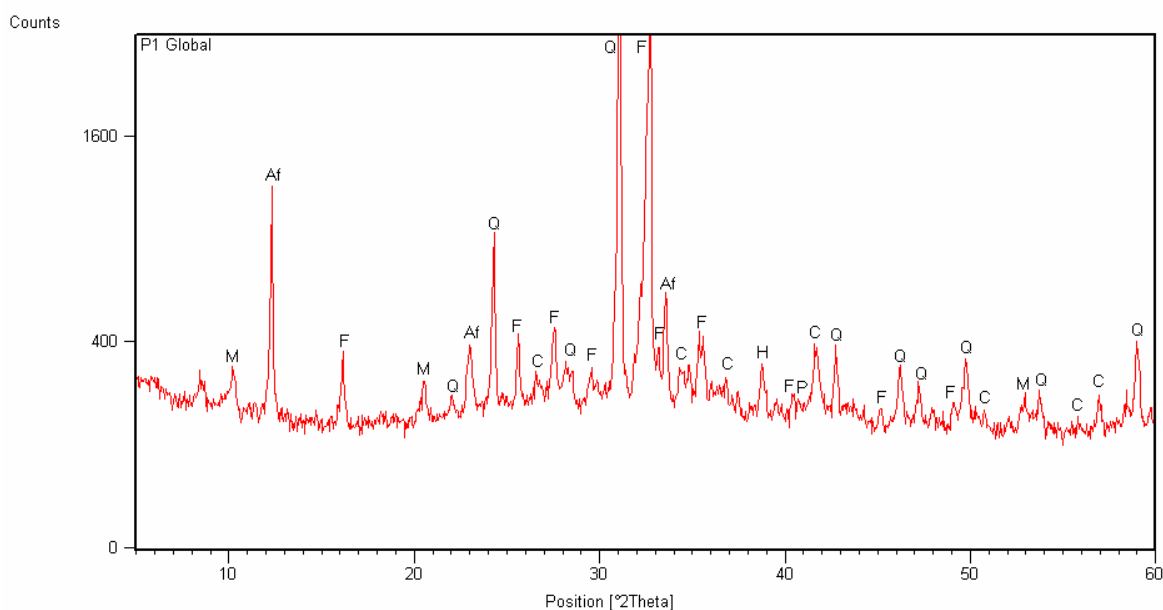


Figura 33 – Registo difractométrico da argamassa P1. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; M – Mica; Af – Anfíbola; H – Hematite; P – Piroxena.

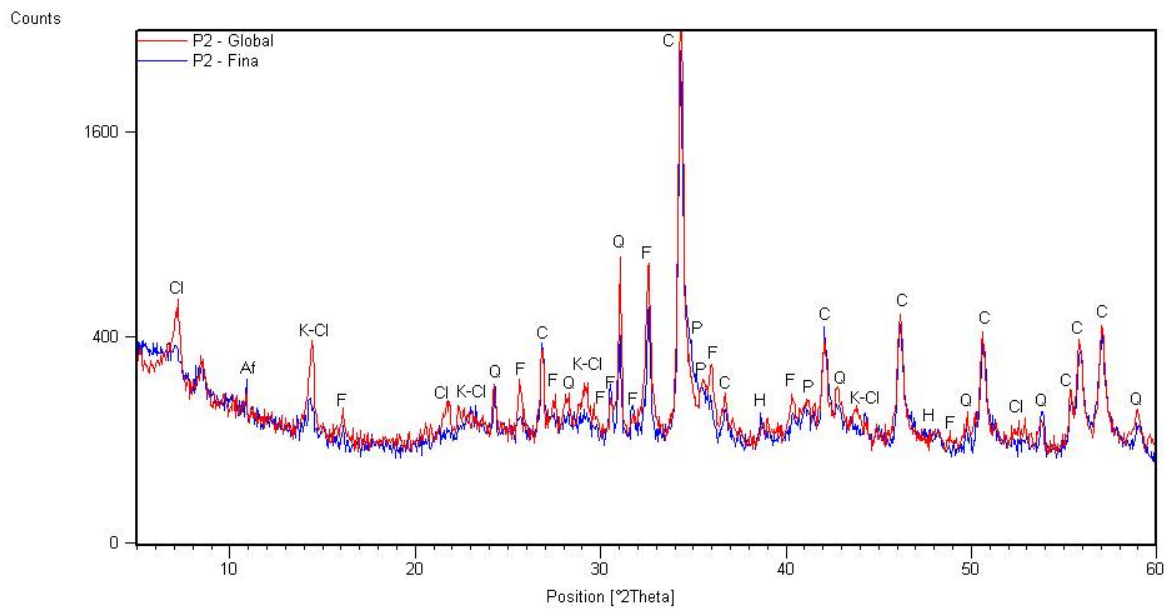


Figura 34 – Registos difractométricos da argamassa P2, global (vermelho) e fracção fina (azul).  
 Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite;  
 Cl – Clorite; Af – Anfíbola; H – Hematite.

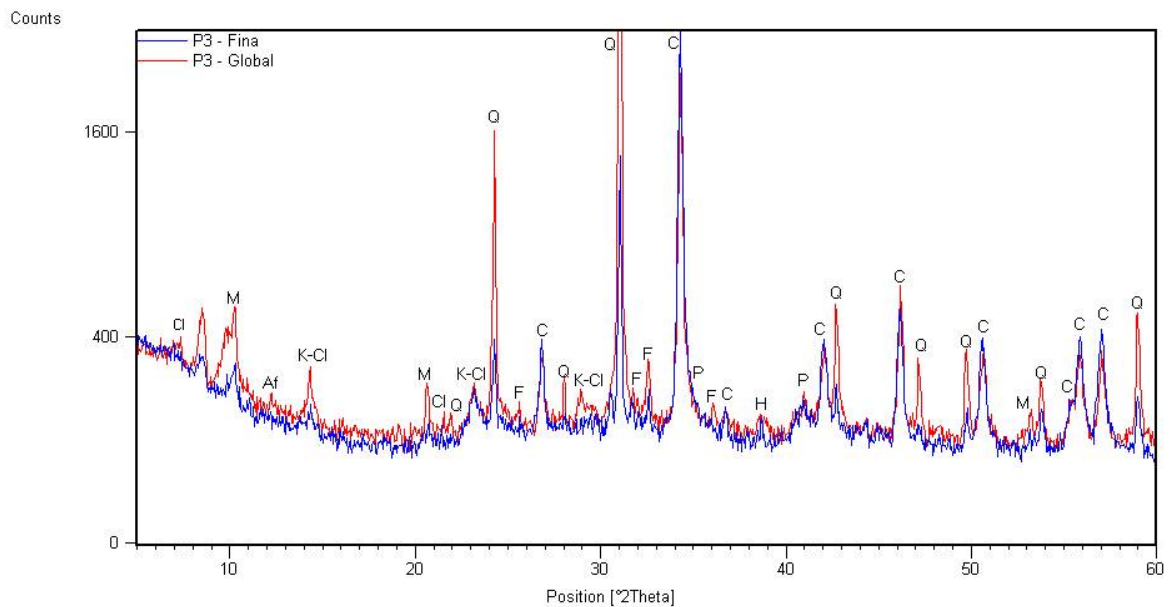


Figura 35 – Registos difractométricos da argamassa P3, global (vermelho) e fracção fina (azul).  
 Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite;  
 Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite.

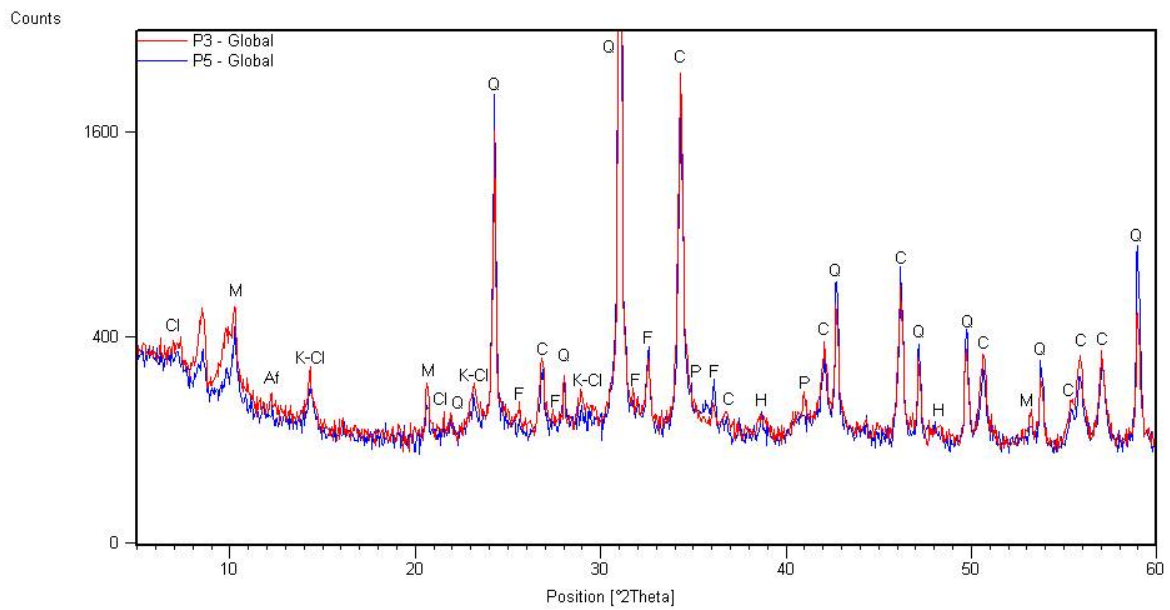


Figura 36 – Registos difractométricos das argamassas P3 (vermelho) e P5 (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite.

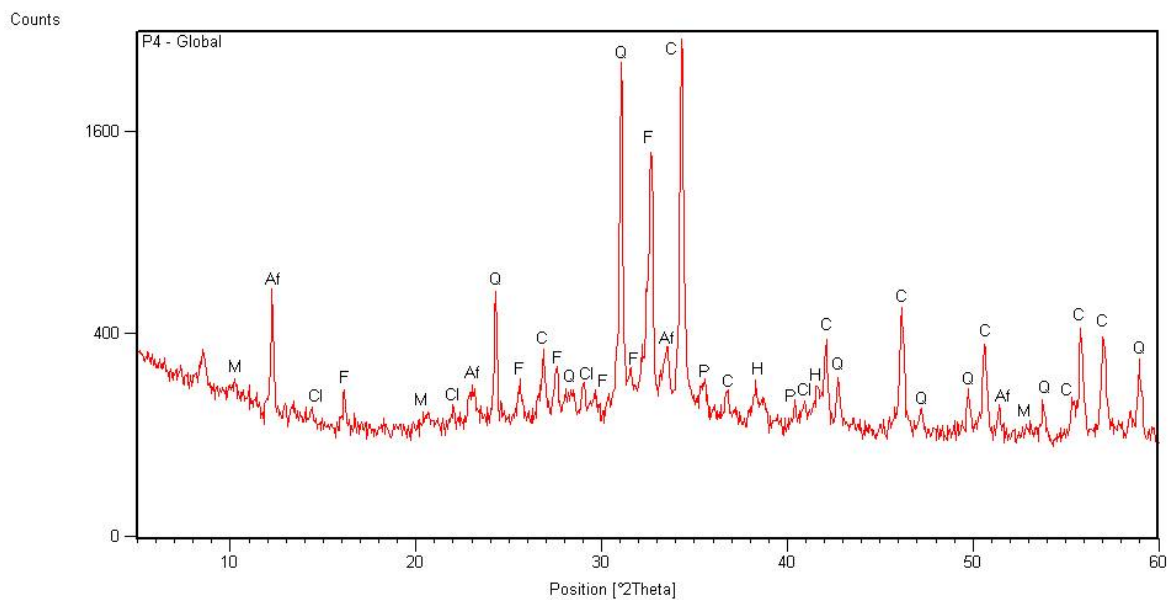


Figura 37 – Registo difractométrico da argamassa P4. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; Ar – Aragonite; M – Mica; H – Hematite.

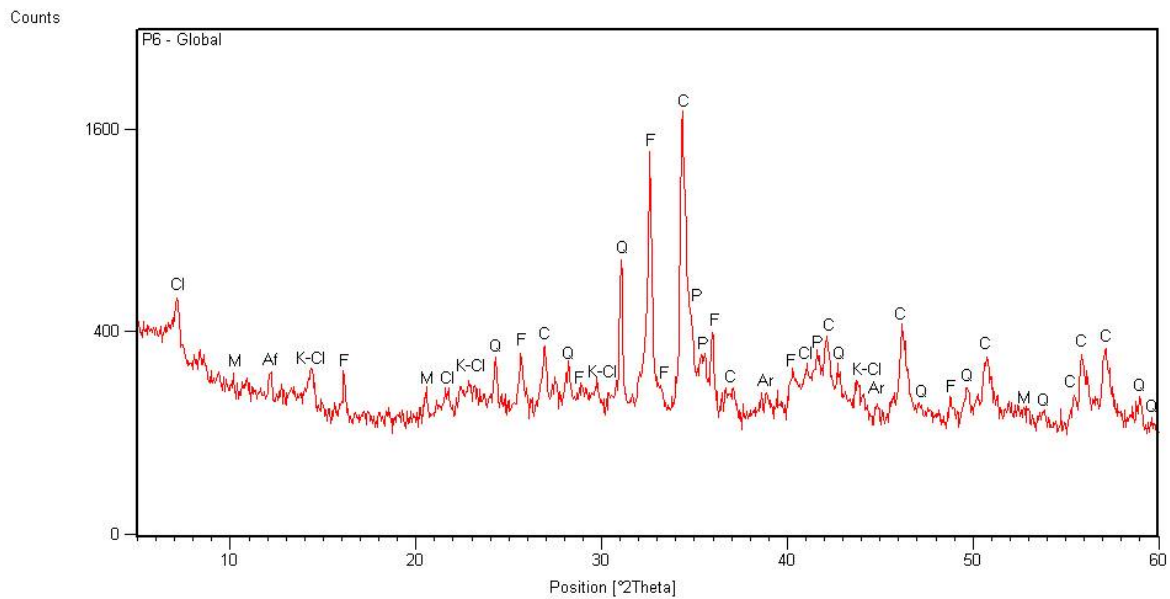


Figura 38 – Registo difractométrico da argamassa P6. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; Ar – Aragonite; M – Mica.

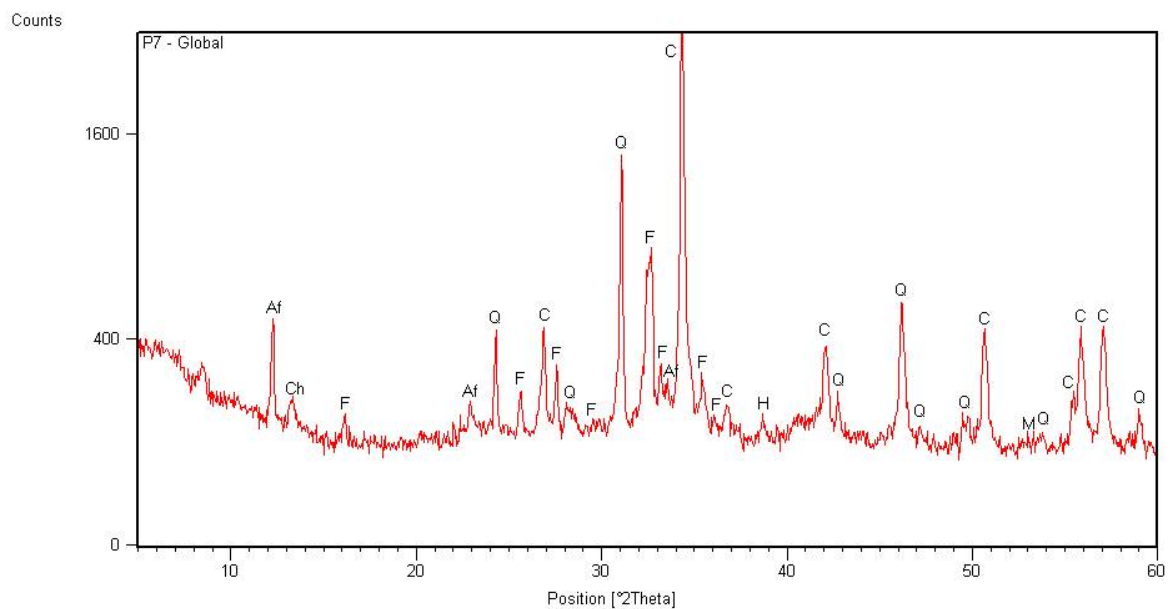


Figura 39 – Registo difractométrico da argamassa P7. Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite; Ch – Carboaluminatos de cálcio hidratados.

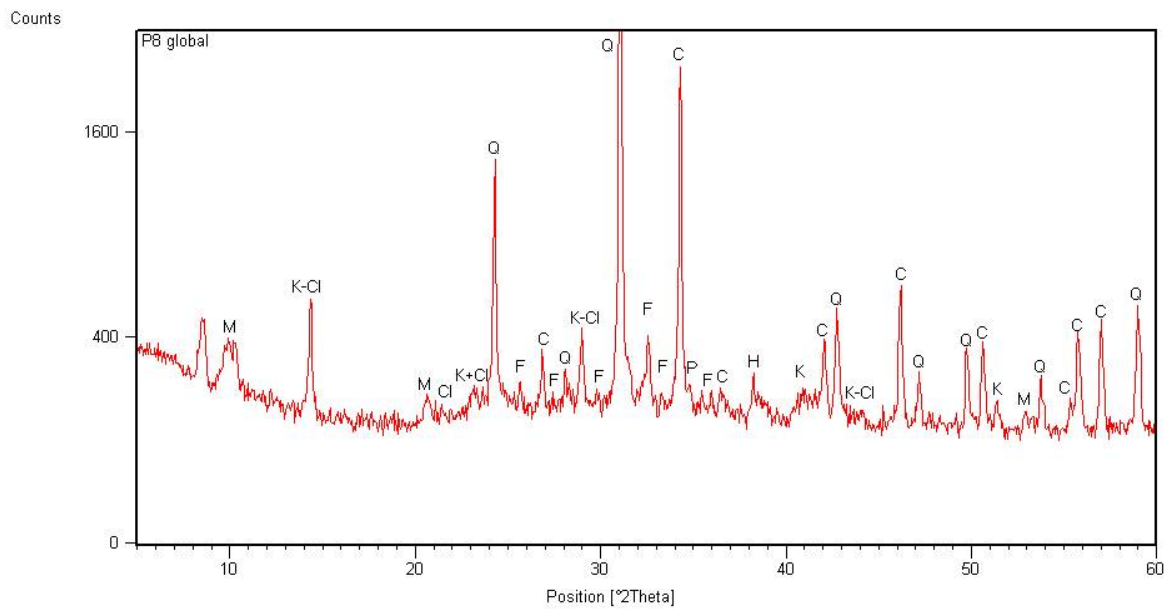


Figura 40 – Registo difractométrico da argamassa P8. Notação: F – Feldspat; Q – Quartz; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; P – Piroxena; M – Mica; H – Hematite.

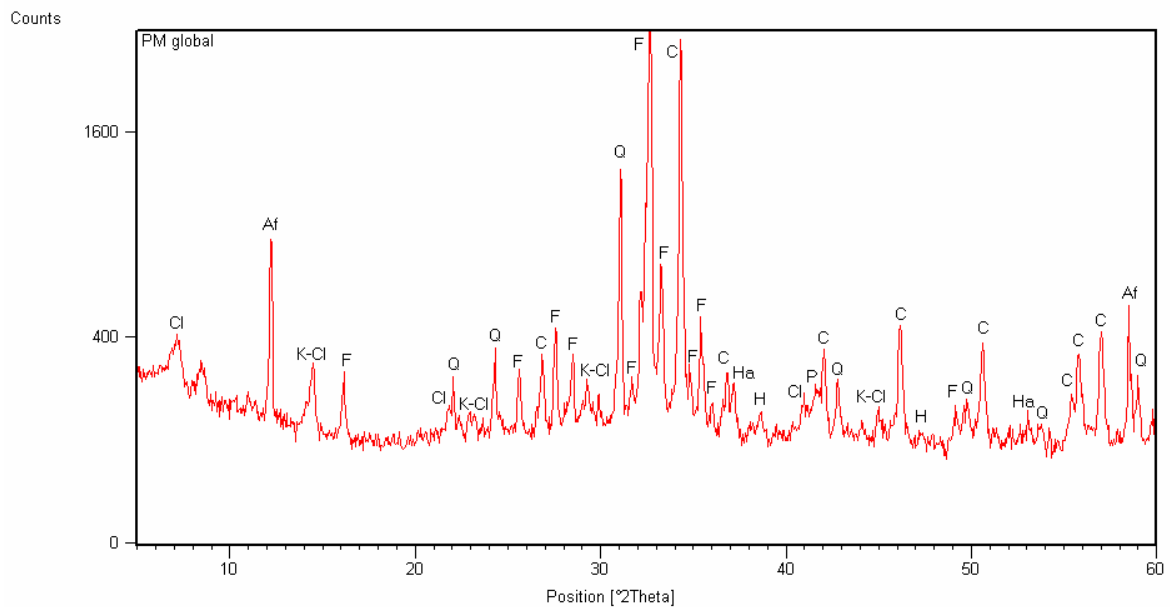


Figura 41 – Registo difractométrico da argamassa PM. Notação: F – Feldspat; Q – Quartz; C – Calcite; K-Cl: Caulinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; H – Hematite; Ha – Halite; P – Piroxena.

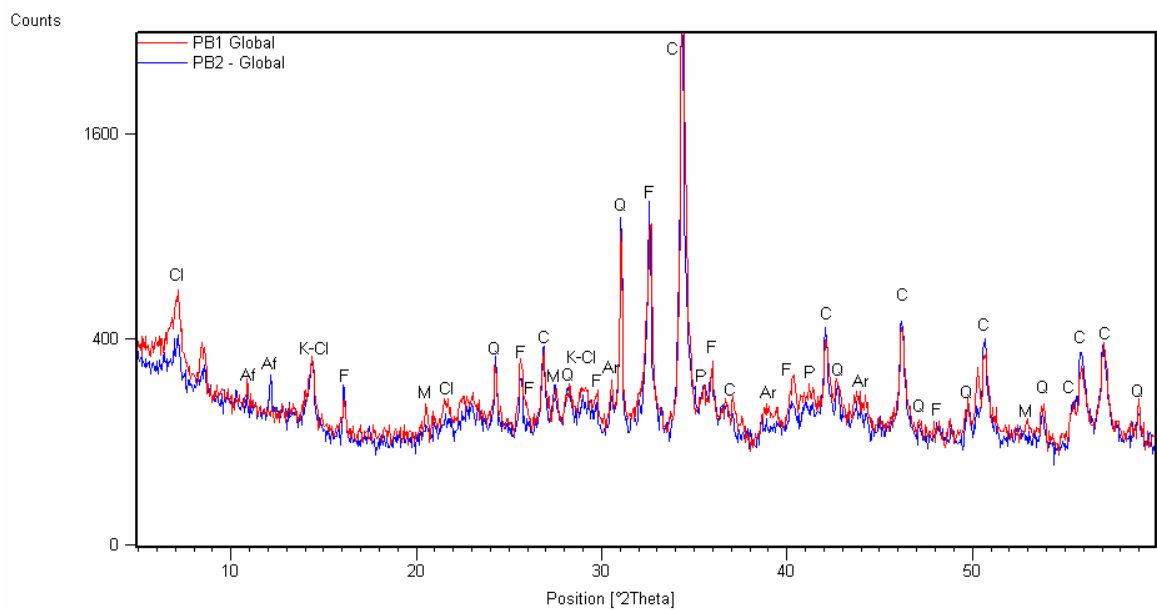


Figura 42 – Registos difractométricos das argamassas PB1 (vermelho) e PB2 (azul). Notação: F – Feldspatos; Q – Quartzo; C – Calcite; K-Cl: Caolinite e/ou Clorite; Cl – Clorite; Af – Anfíbola; Ar – Aragonite; M – Mica; P – Piroxena.

Quadro 3 – Composição mineralógica qualitativa das amostras de argamassas

Compostos Cristalinos Identificados	Amostras												
	P1	P2		P3		P4	P5	P6	P7	P8	PM	PB1	PB2
	Global	Global	Fina	Global	Fina	Global	Global	Global	Global	Global	Global	Global	Global
Quartzo	++	+/++	+	+/++	Vtg	++	+/++	+	++	+++	+/++	+/++	+/++
Feldspatos	+++/>												

Notação utilizada: ++++ - composto predominante ;

++ - proporção média

Vtg - vestígios

+++ - proporção elevada

+ - proporção fraca

? - dúvida na presença

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

- As amostras são semelhantes quanto ao tipo de ligante que é uma cal aérea de natureza calcítica;
- as principais diferenças entre as várias amostras referem-se ao teor de ligante e tipo de agregados empregues. Com excepção da amostra P1, em que os agregados são essencialmente siliciosos dos tipos quartzo e feldspatos alcalinos, as restantes amostras apresentam ainda minerais de rochas ígneas, como foi anteriormente referido nas observações petrográficas;
- Apenas na amostra P7 foi detectada a existência de carboaluminatos de cálcio hidratados, composto que terá sido formado pela reacção da cal com compostos de carácter pozolânico, como é o caso do tijolo, em presença de água.
- Algumas das amostras apresentam composições mineralógicas muito semelhantes, por exemplo amostras P3 e P5 e amostras PB1 e PB2, respectivamente. De referir nas duas últimas amostras, e também na amostra P6 e P8, a presença do mineral aragonite, que pode ter resultado da alteração de conchas e resíduos orgânicos em um ambiente húmido.
- Detectou-se a presença de minerais de ferro cristalinos, como hematite e magnetite, com proporções variáveis em cada uma das amostras, facto que parece estar associado à maior ou menor incorporação de fragmentos de tijolo.

### 3.5 – Análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD)

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

A análise térmica diferencial (ATD) é uma técnica de análise térmica em que são registadas as diferenças de temperatura entre uma substância e um material de referência (que não sofre quaisquer transformações na gama de temperatura do ensaio) em função do tempo ou da temperatura, quando as duas substâncias são submetidas a um mesmo ciclo de aquecimento. As diferenças de temperatura



são causadas pela emissão ou absorção de calor da substância em análise (respectivamente, processos exotérmicos e endotérmicos). Assim, esta técnica não só pode detectar variações de massa (perdas por desidratação, descarbonatação, etc.), como também transformações estruturais, recristalizações, etc., que não produzem variações de massa mas que produzem a emissão ou absorção de calor. A curva ATD, além de ser característica para uma dada substância, o que a torna bastante útil na identificação de substâncias activas ao calor, permite a obtenção de dados quantitativos a partir das áreas integradas dos picos.

As técnicas de análise térmica ATG/ATD são muito utilizadas para a identificação e determinação do teor de alguns dos constituintes usualmente presentes em argamassas/revestimentos antigos. Isto é de facto possível a partir das reacções de decomposição que os constituintes sofrem, provocadas pelo ciclo de aquecimento, as quais ocorrem em gamas de temperatura muito bem definidas, e são normalmente acompanhadas de efeitos endotérmicos na curva ATD.

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

Nas figuras 43 a 53 apresentam-se as curvas ATG/ATD obtidas (TG – curva termogravimétrica, DTG – curva termogravimétrica derivada, Heat Flow – curva térmica diferencial).

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

- 25 a 200 °C – zona de perda devida à desidratação de água livre e adsorvida.
- 200 a 600 °C – zona de perda devida à desidratação de águas de cristalização, de hidróxidos ou óxidos hidratados ferro e à desidroxilação dos minerais de argila.
- 600 a 900 °C – zona de perda devida à descarbonatação dos carbonatos.

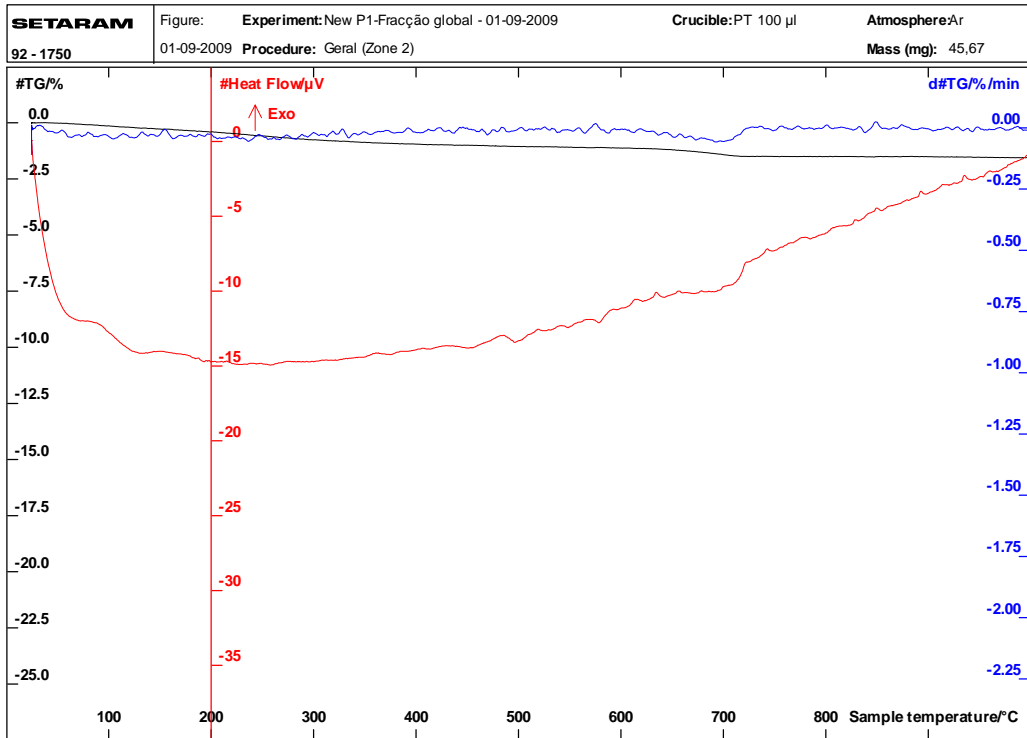


Figura 43 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P1.

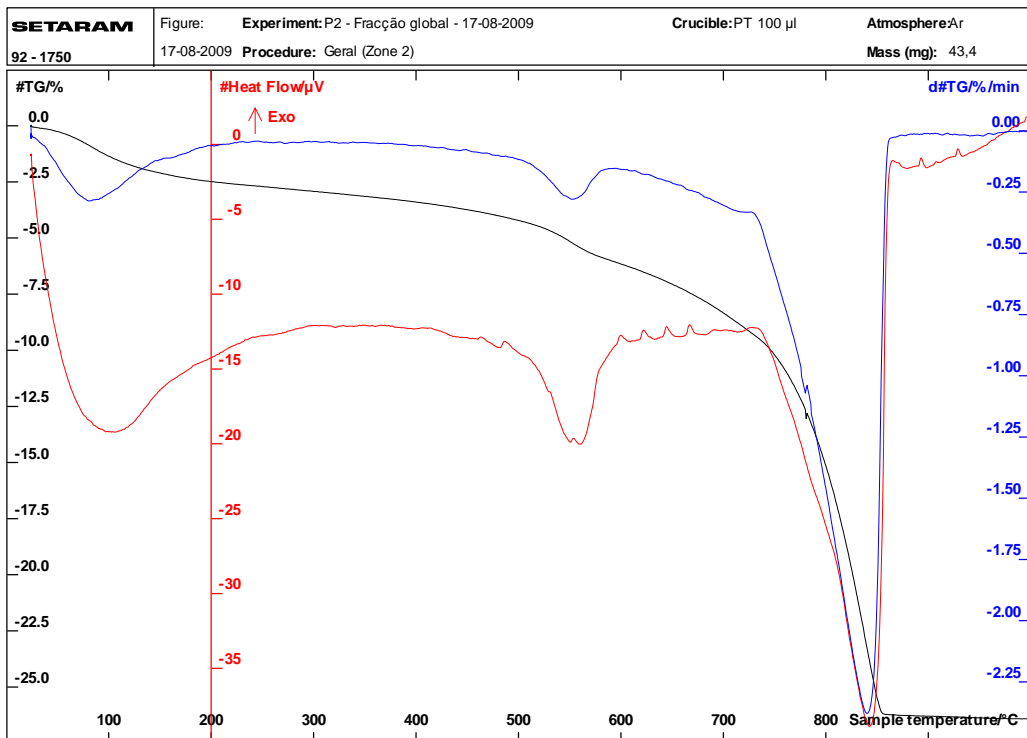


Figura 44 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P2.

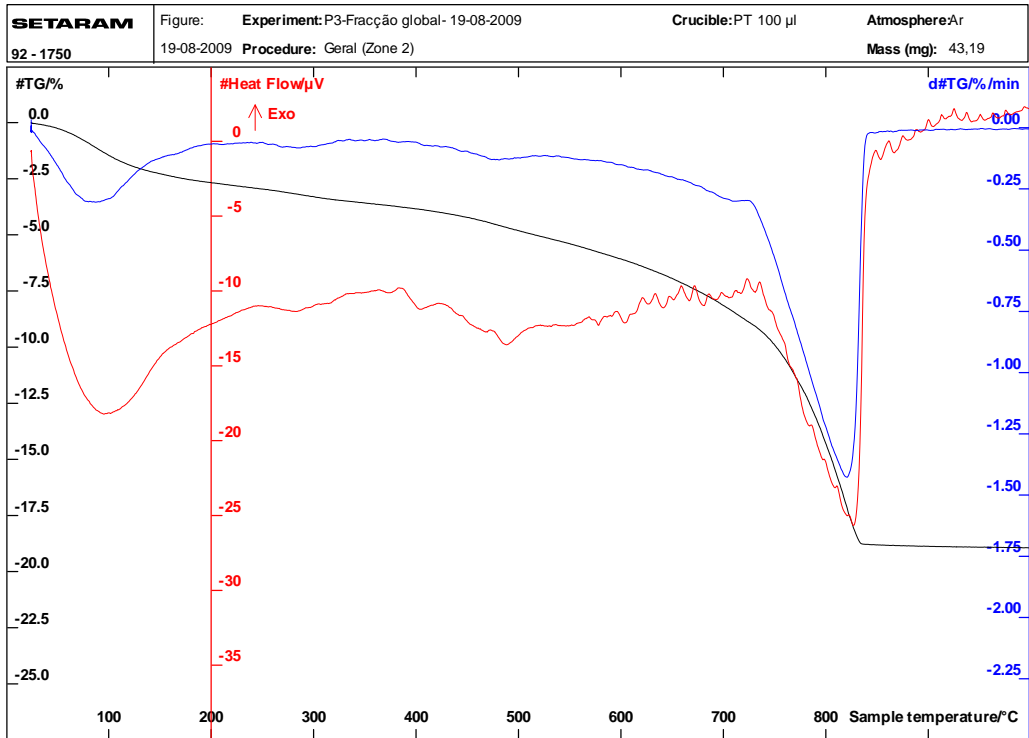


Figura 45 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P3.

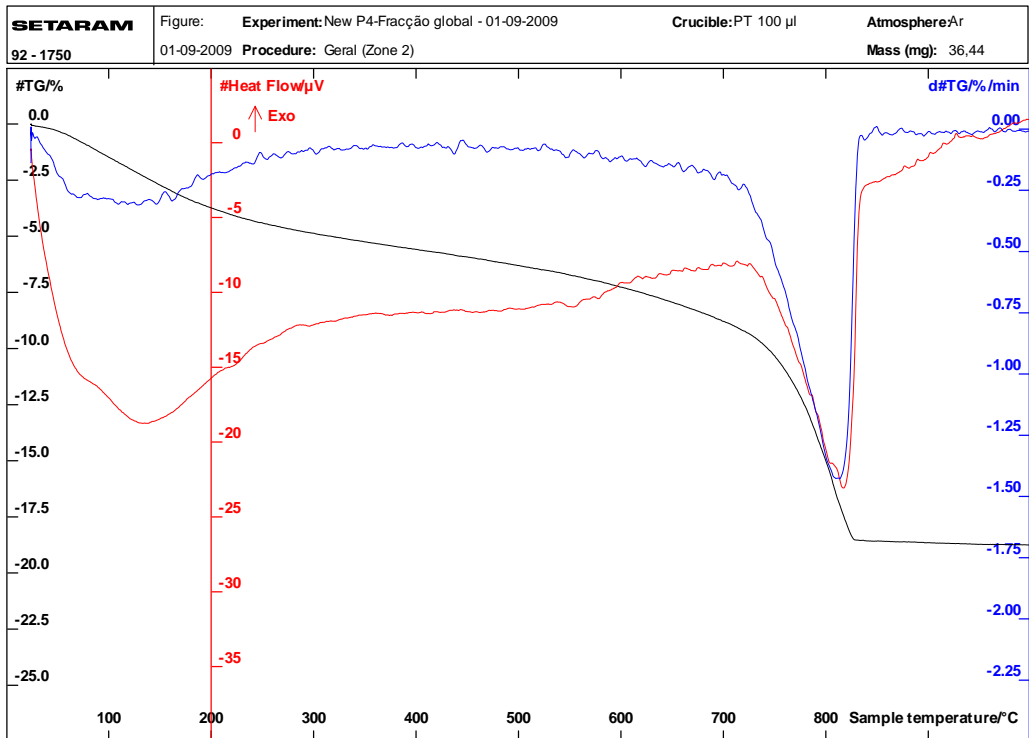


Figura 46 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P4.

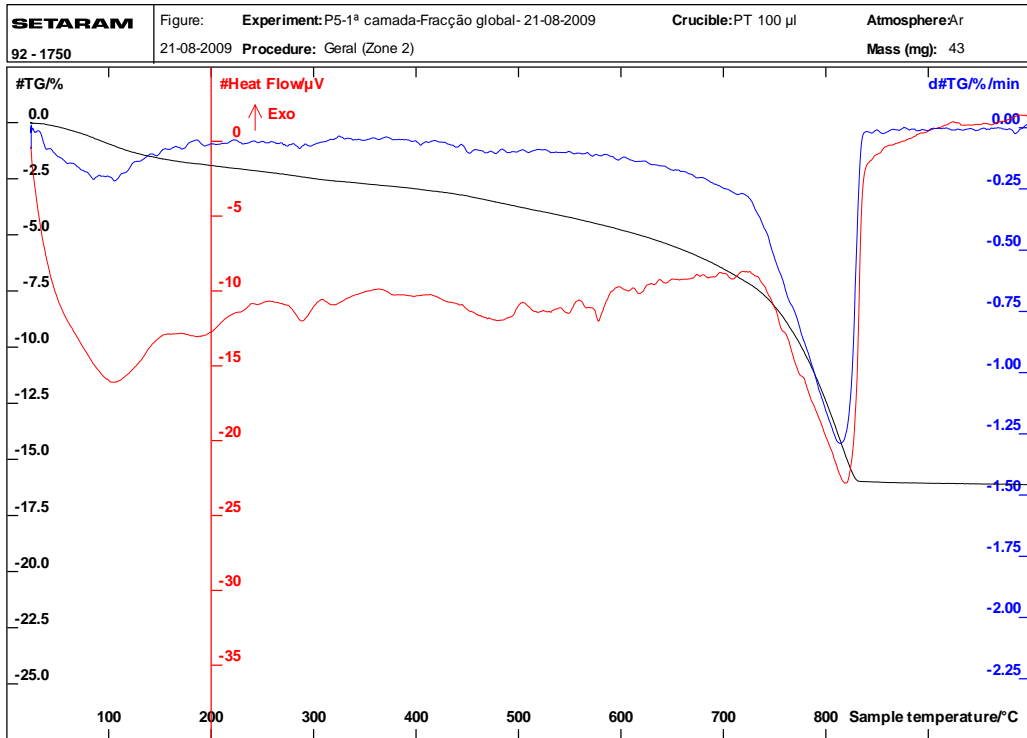


Figura 47 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P5.

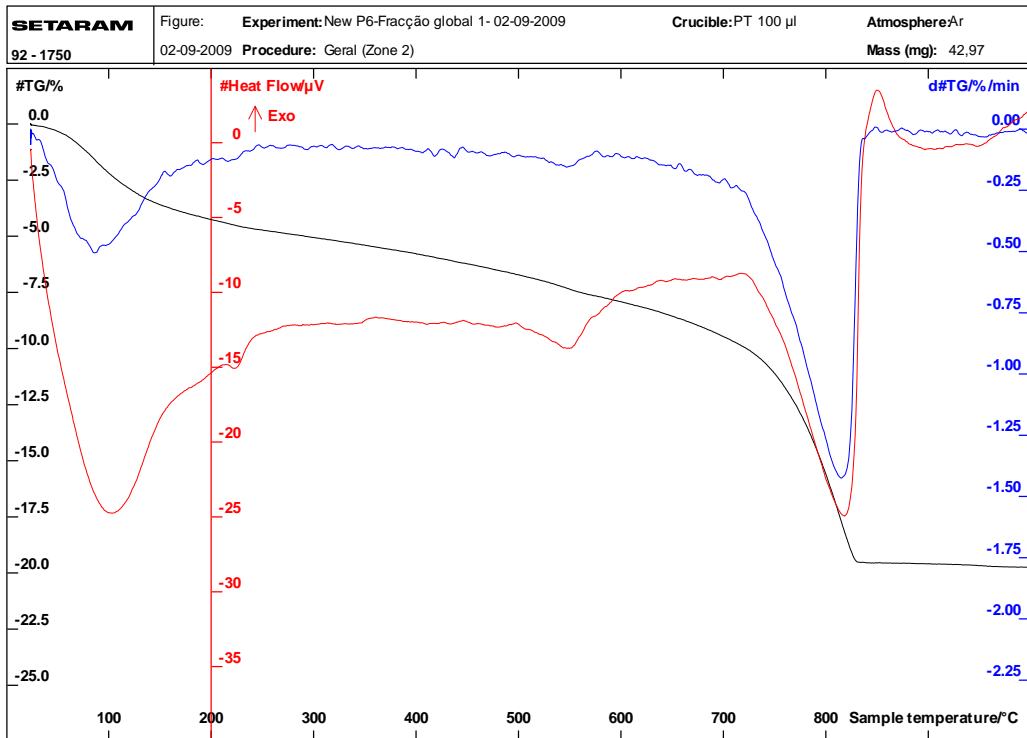


Figura 48 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P6.

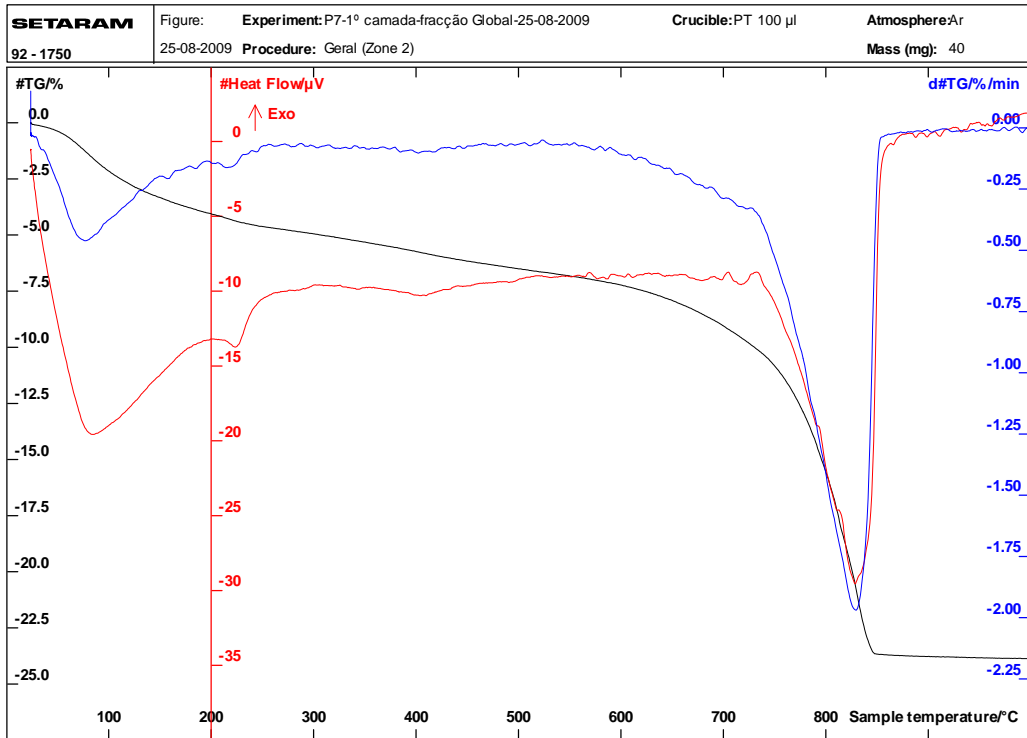


Figura 49 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P7.

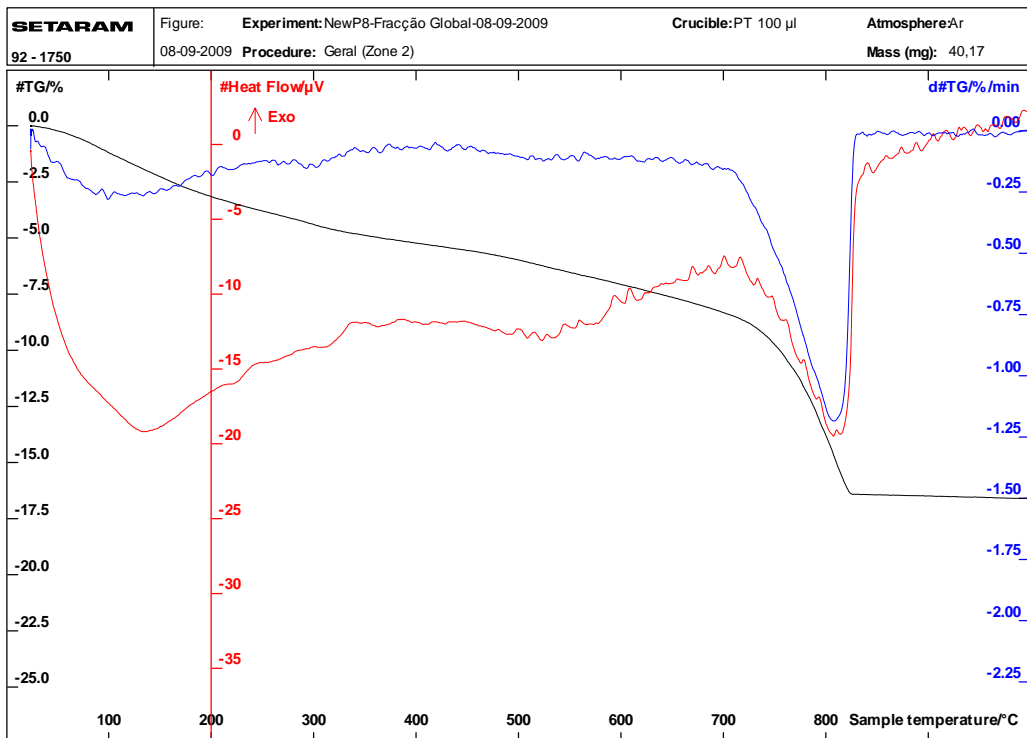


Figura 50 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa P8.

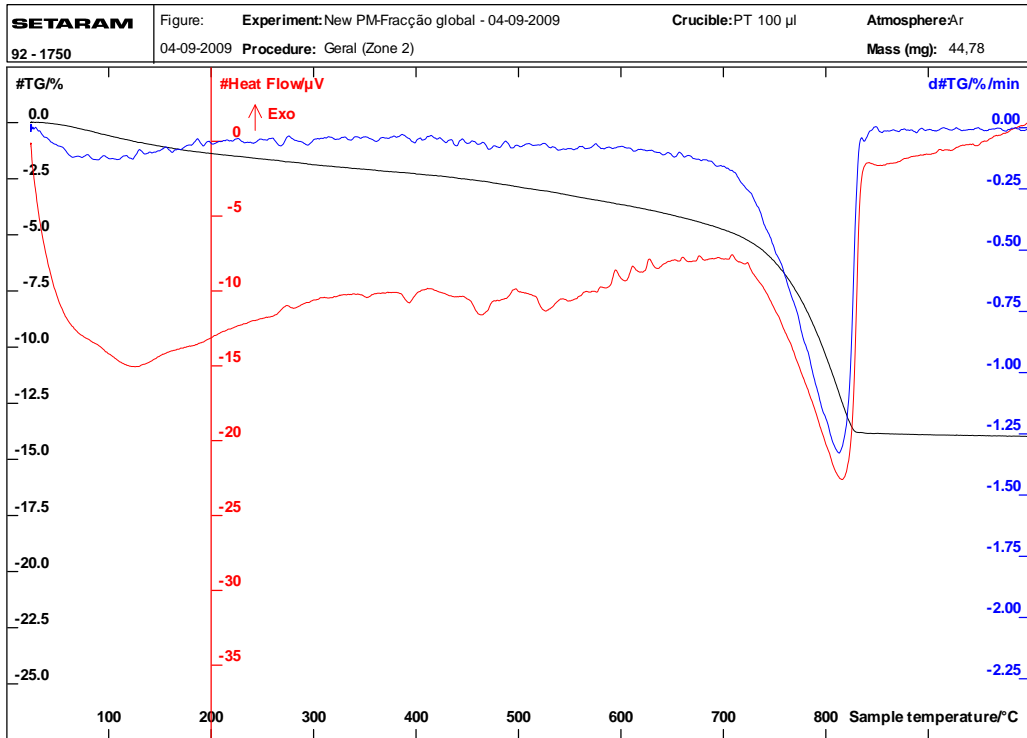


Figura 51 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PM.

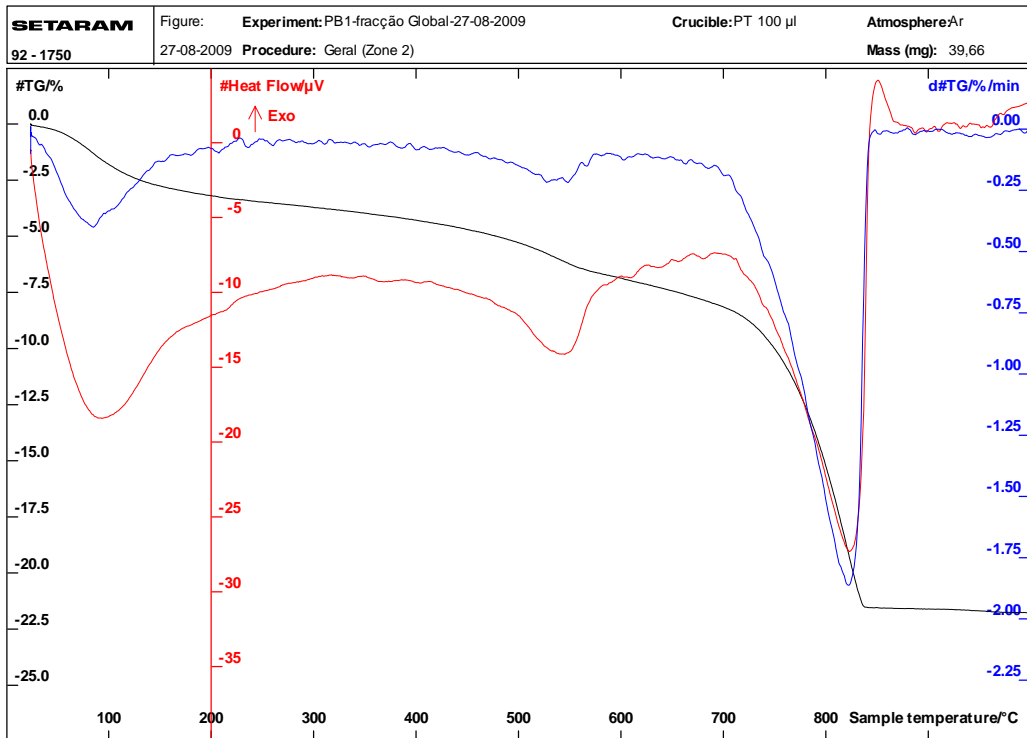


Figura 52 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PB1.

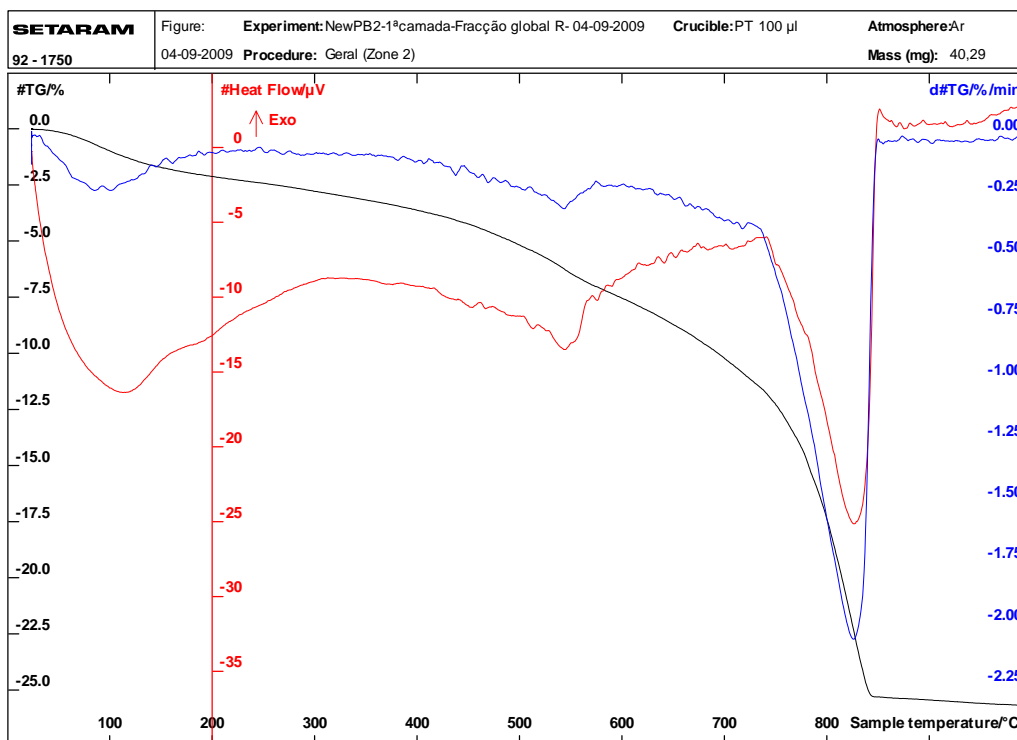


Figura 53 – Registo ATG/DTG/ATD da argamassa PB2.

Para mais fácil interpretação apresentam-se no Quadro 4 os valores das perdas de massa, expressas em percentagem em relação à massa inicial das amostras ensaiadas, correspondentes às gamas de temperatura referidas e os teores calculados (% em massa) de calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) nas respectivas amostras.

Quadro 4 – Perdas de massa em diferentes gamas de temperatura e teores de calcite (em %).

Amostras	Gamas de temperatura (°C)				Perda do rubro	Teor de $\text{CaCO}_3^{(1)}$
	25→200	200→600	600→900	900→1000		
P1	0,18	0,33	0,17	0,02	0,70	2
P2	2,43	3,66	20,14	0,12	26,35	46
P3	2,65	3,40	12,79	0,07	18,91	29
P4	3,67	3,52	11,39	0,10	18,68	26
P5	1,88	2,88	11,28	0,06	16,10	26
P6	4,21	3,65	11,68	0,15	19,69	27
P7	3,97	3,18	16,54	0,10	23,79	38
P8	3,14	3,92	9,42	0,11	16,59	21
PM	1,38	2,28	10,26	0,07	13,99	23
PB1	3,14	3,67	14,74	0,18	24,87	34
PB2	2,84	4,35	18,63	0,08	25,90	42

- (1) -  $\% \text{CaCO}_3 = (\text{P}_{\text{CO}_2} \times \text{MM}_{\text{CaCO}_3}) / \text{MM}_{\text{CO}_2}$ , em que:  
 $\text{P}_{\text{CO}_2}$  – Perda (em %) de  $\text{CO}_2$ ;  
 $\text{MM}_{\text{CaCO}_3}$  – Massa Molar de  $\text{CaCO}_3$ ;  
 $\text{MM}_{\text{CO}_2}$  – Massa Molar do  $\text{CO}_2$

Da análise dos resultados da ATG/ATD é possível extrair as seguintes conclusões:

- os termogramas obtidos são típicos de argamassas de cal aérea calcíticas com perdas de massa entre 600 e 900°C, atribuídas à descarbonatação do carbonato de cálcio. Entre 20 e 200°C verifica-se a desadsorção de vapor de água, essencialmente dos filossilicatos, enquanto que entre 200 e 600°C ocorre essencialmente desidroxilação dos filossilicatos [Moroupolou et al, 1995; Santos Silva et al, 2005].
- As diferenças de perda de massa obtidas entre 20 e 600° C para as diferentes amostras está relacionada com a quantidade de minerais de argila presente em cada uma das amostras e quantidade de produtos de neoformação formados pela reacção pozolânica entre a cal e os agregados.
- Com base nos resultados da ATG/DTG/ATD verifica-se que existem 3 tipos de argamassas relativamente ao teor de ligante carbonatado:
  - P1 – muito pobre em ligante;
  - P3, P4, P5, P6, P8 e PM – teor de ligante da ordem dos 22 a 27 %;
  - P2, P7, PB1 e PB2 – teor de ligante da ordem dos 40%.

### 3.6 – Análise química

#### *3.6.1 Análise granulométrica da areia das argamassas*

Dado ter-se verificado pela petrografia que as argamassas são bastante diferentes no tipo de agregados empregues, optou-se por fazer a determinação do teor de areia nas amostras de argamassa que foram consideradas mais representativas, no caso P2, P3, P4 e P8.

Assim, procedeu-se à determinação do teor de areia nas amostras de argamassa a partir dum ataque ácido a quente (próximo da temperatura de ebulição) com uma solução de ácido clorídrico (1:3), sendo o resíduo do ataque – *resíduo insolúvel* (RI) – seco a 105° C. O valor de RI assim determinado traduzirá, grosso modo, o teor actual de areia siliciosa nas amostras analisadas. Os resultados obtidos estão incluídos no quadro 9.

A análise granulométrica da areia das argamassas foi realizada por peneiração do material obtido na determinação do RI, tendo sido utilizados os peneiros de malhas de 5,00; 2,50; 1,25; 0,630; 0,315, 0,160 e 0,075 mm. Nos quadros da 5 a 8 apresentam-se os resultados obtidos referentes ao material retido em cada peneiro para as duas amostras, enquanto que na figura 54 apresentam-se as curvas granulométricas do material que passou nos peneiros indicados.



Quadro 5 – Análise granulométrica da argamassa P2 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	7.09	0.00
0,075 – 0,160	5.40	7.09
0,160 – 0,315	7.00	12.49
0,315 – 0,630	7.73	19.49
0,630 – 1,25	16.13	27.22
1,25 – 2,50	13.86	43.35
2,50 – 5,00	42.79	57.21
>5,00	0.00	100.00

Quadro 6 – Análise granulométrica da argamassa P3 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	3.73	0.00
0,075 – 0,160	4.97	3.73
0,160 – 0,315	5.66	8.70
0,315 – 0,630	11.82	14.37
0,630 – 1,25	16.02	26.18
1,25 – 2,50	18.84	42.21
2,50 – 5,00	33.64	61.04
>5,00	5.32	94.68

Quadro 7 – Análise granulométrica da argamassa P4 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	4.92	0.00
0,075 – 0,160	7.30	4.92
0,160 – 0,315	3.17	12.23
0,315 – 0,630	8.41	15.39
0,630 – 1,25	9.65	23.80
1,25 – 2,50	12.75	33.45
2,50 – 5,00	43.27	46.19
>5,00	10.54	89.46

Quadro 8 – Análise granulométrica da argamassa P8 (valores em %)

Fracções (mm)	Material retido (%)	Material que passa (%)
< 0,075	4.93	0.00
0,075 – 0,160	3.93	4.93
0,160 – 0,315	7.31	8.87
0,315 – 0,630	9.88	16.17
0,630 – 1,25	12.45	26.05
1,25 – 2,50	15.74	38.50
2,50 – 5,00	45.77	54.23
>5,00	0.00	100.00

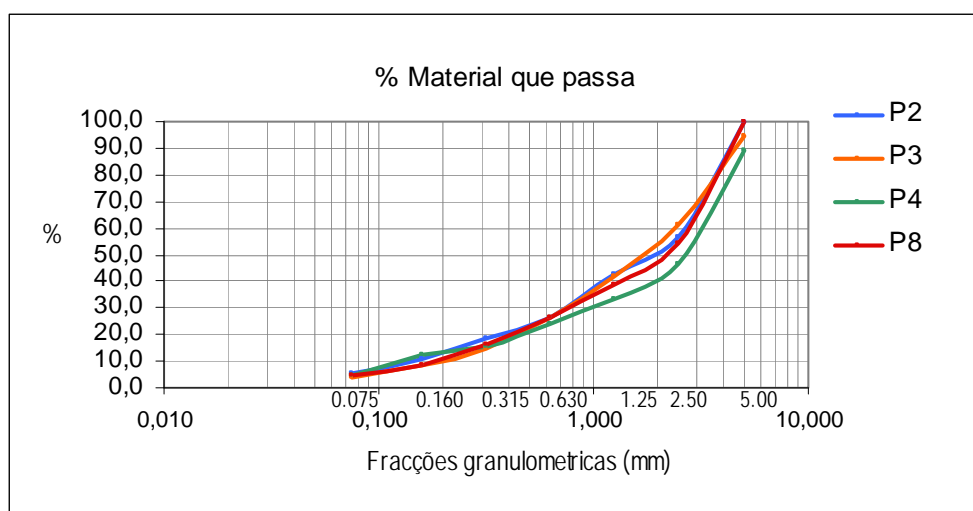


Figura 54 – Curva granulométrica das areias da argamassa P2, P3, P4 e P8.

Nas figuras 55 a 58 mostram-se aspectos gerais da observação das fracções à lupa binocular, a qual evidenciou, como seria de esperar, areias de tipologia bastante diferente. Nota-se granulometria maior (com agregados >5mm) nas amostras P3 e P4.

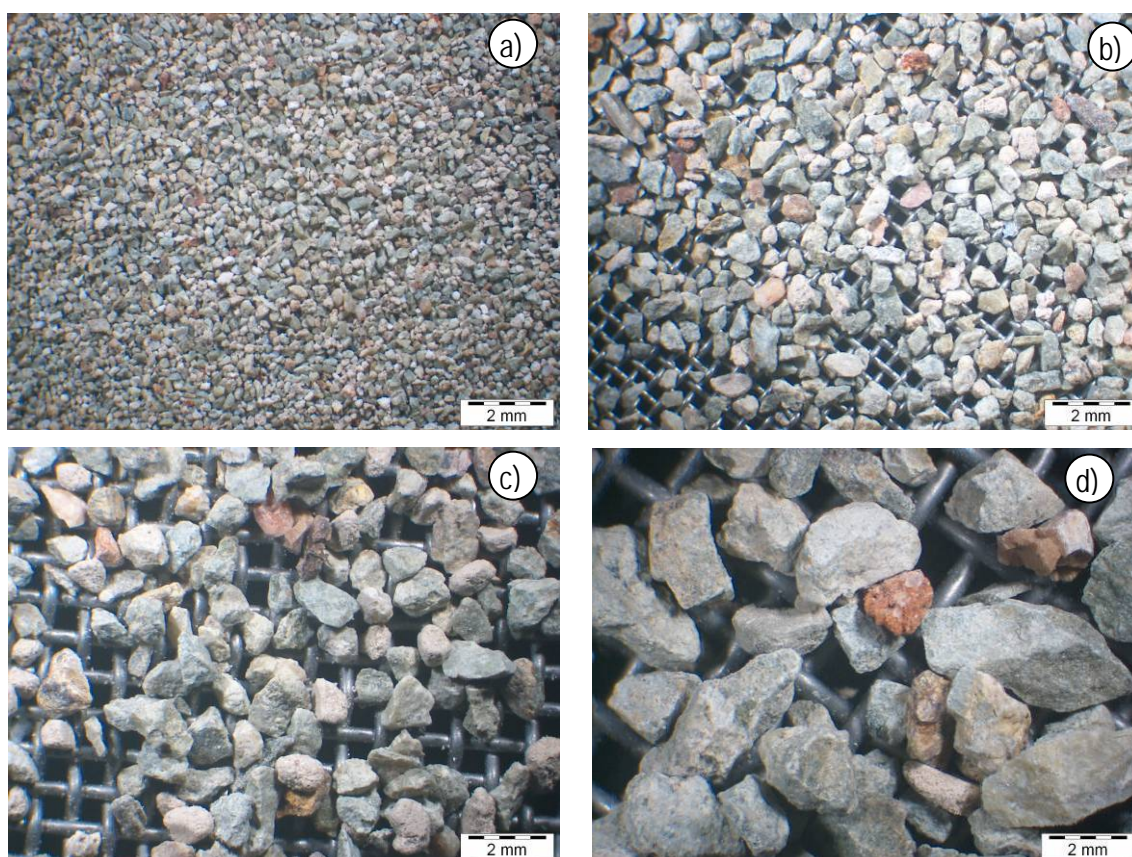


Figura 55 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P2 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm.

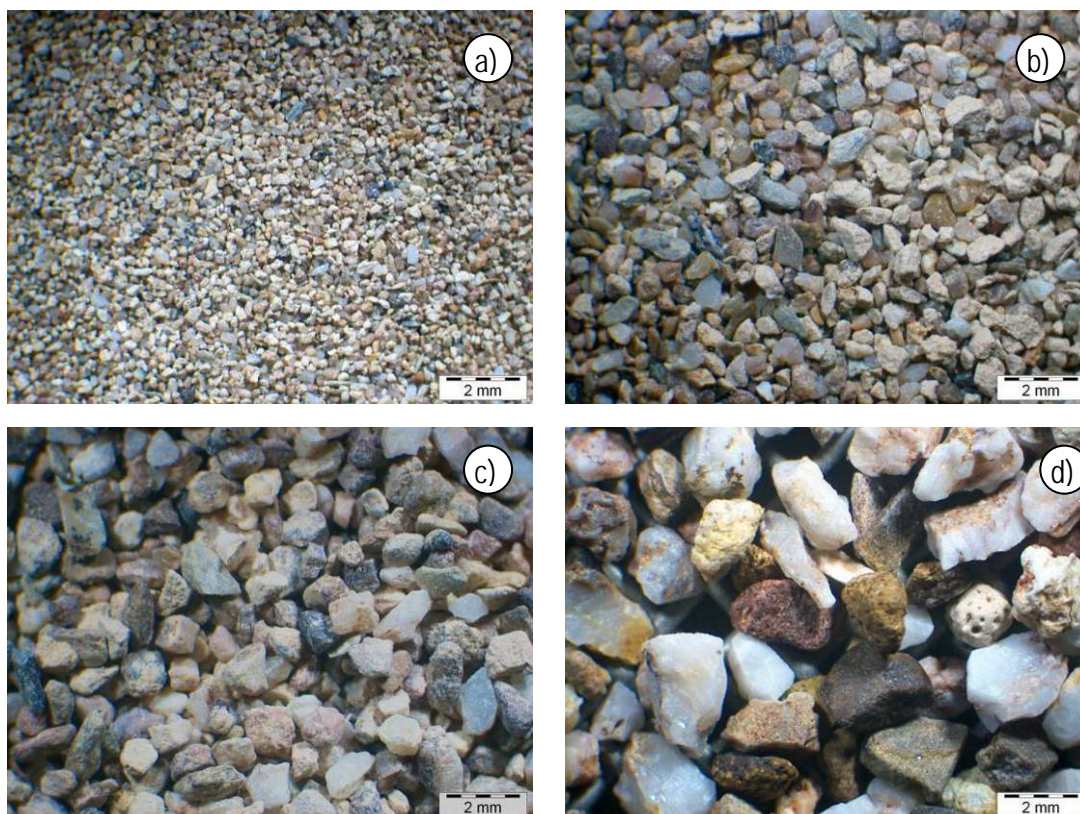


Figura 56 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P3 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm.

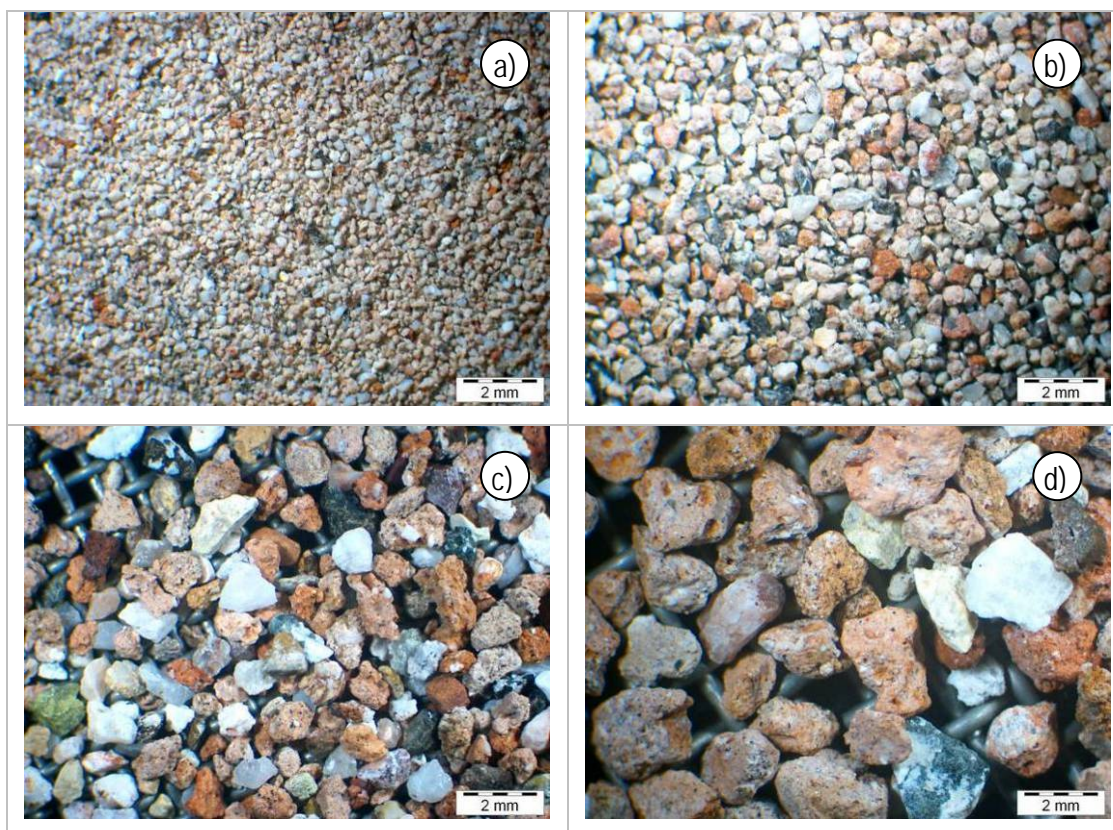


Figura 57 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P4 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm; d) 1,25 a 2,5 mm.

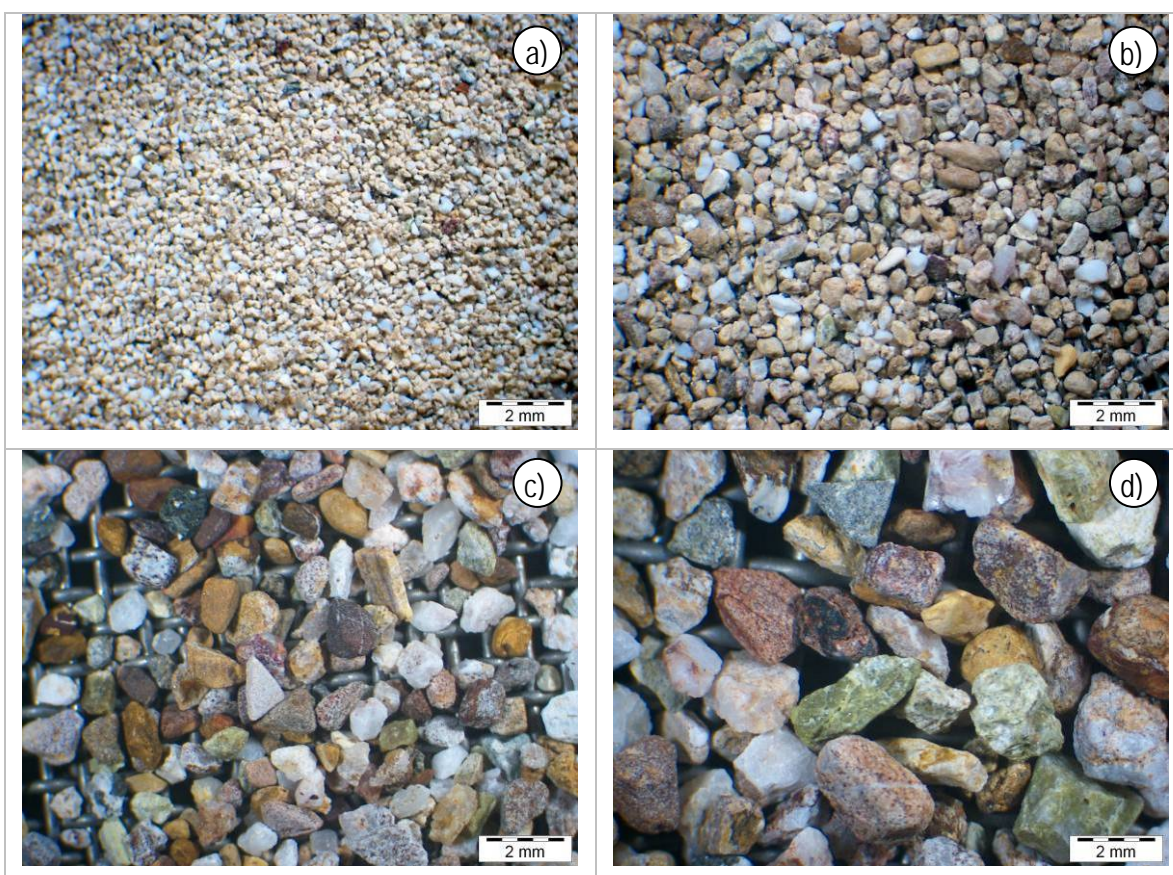


Figura 58 – Aspecto da areia da argamassa da amostra P8 correspondente às fracções granulométricas: a) 0,160 a 0,315 mm; b) 0,315 a 0,630 mm; c) 0,630 a 1,25 mm d) 1,25 a 2,5 mm.

### 3.6.2 Determinação do teor de resíduo insolúvel e dos teores de sulfatos e cloretos

Com o objectivo de se confirmar os dados da DRX, nomeadamente a ausência de compostos provenientes de reacções de degradação, e de determinar o teor de areia siliciosa, realizou-se um ataque ácido, com ácido nítrico (1:50), nas argamassas P2, P3, P4 e P8 tendo-se efectuado a determinação do teor de sulfatos por medida por infravermelhos do teor de SO<sub>2</sub> libertado após calcinação, a determinação de cloretos por potenciometria e da areia a partir do teor de resíduo insolúvel (RI) em ácido. Os teores de resíduo insolúvel, sulfatos e cloretos obtidos apresentam-se no quadro 9.

Quadro 9 – Teores (em %) de resíduo insolúvel, sulfatos e cloretos nas argamassas.

Amostras	Resíduo Insolúvel	Sulfatos (SO <sub>3</sub> )	Cloretos (Cl)
P2	43	0.14	< 0.01
P3	61	0.13	< 0.01
P4	57	0.15	0.01
P8	63	0.18	0.02

Os teores de iões cloreto e de sulfatos são muito baixos o que confirma os resultados da DRX que apontavam para a inexistência de produtos de alteração nas argamassas, e justificam também o bom estado de conservação.

### 3.7 – Microscopia electrónica de varrimento e microanálise de raios X

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

Neste caso realizaram-se observações ao MEV/EDS de superfícies polidas das amostras previamente impregnadas em resina epoxi, que visa determinar da maior ou menor extensão de reacções de carácter pozolânico entre a cal e os agregados empregues, e de superfícies obtidas por fractura para observação da morfologia dos compostos formados.

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

Nas figuras 59 e 76 apresentam-se os principais aspectos observados ao MEV/EDS.

#### Amostra P1:

A observação da superfície de fractura evidenciou uma pasta pouco porosa, sendo evidente que os agregados se encontram bem envolvidos pela pasta. Nas interfaces dos agregados, que são maioritariamente constituídos por fragmentos cerâmicos, distinguem-se produtos de neoformação.

Nas superfícies polidas, os mapas de raios X dos elementos silício (Si) e alumínio (Al) são muito intensos, evidenciando a abundância de fragmentos cerâmicos e pó de tijolo; detectam-se partículas de agregado ricas em ferro (Fe) e magnésio (Mg), o que sugere tratarem-se de partículas de anfíbola.

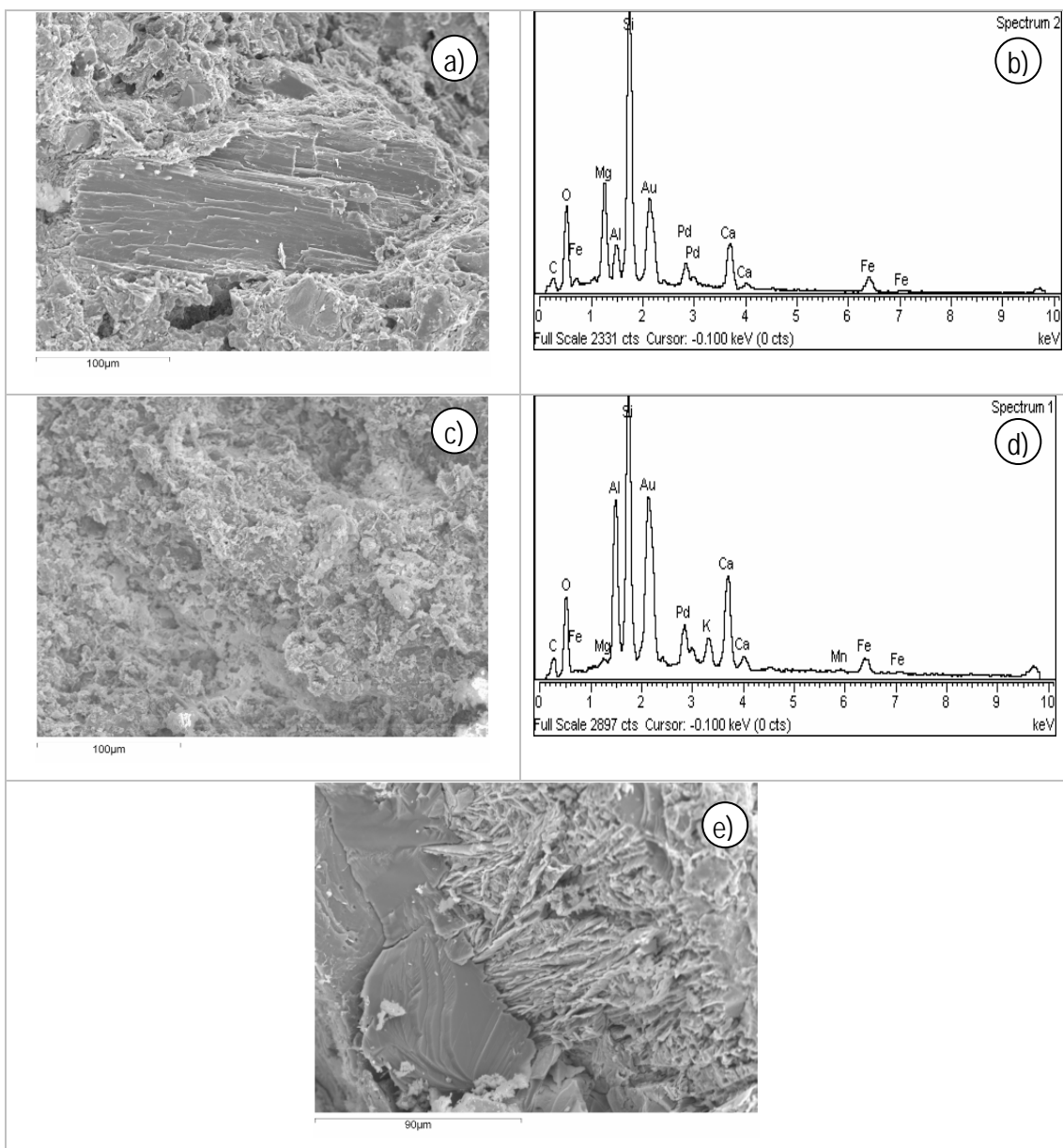


Figura 59 – Amostra P1: observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) grão de anfíbola bem envolvido pela pasta; b) Espectro EDS do grão de anfíbola; c) Pormenor da pasta e (d) correspondente espectro EDS; e) Interface entre um agregado e a pasta, onde são evidentes produtos de neoformação com cristalização acicular.

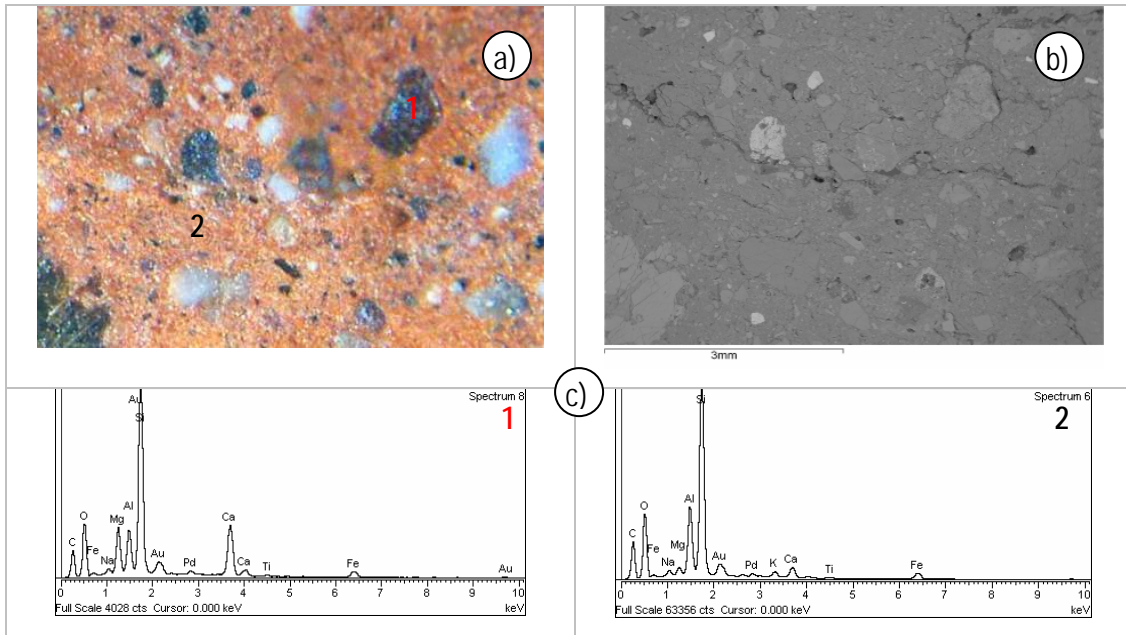


Figura 60 – Amostra P1 em superfície polida: a) Pormenor da zona mais externa da amostra ao microscópio estereoscópico; b) Idem, mas observação ao MEV/EDS; c) Espectros EDS das zonas indicadas, respectivamente uma anfíbola (1) e fragmentos ceramicos/tijolo (2).

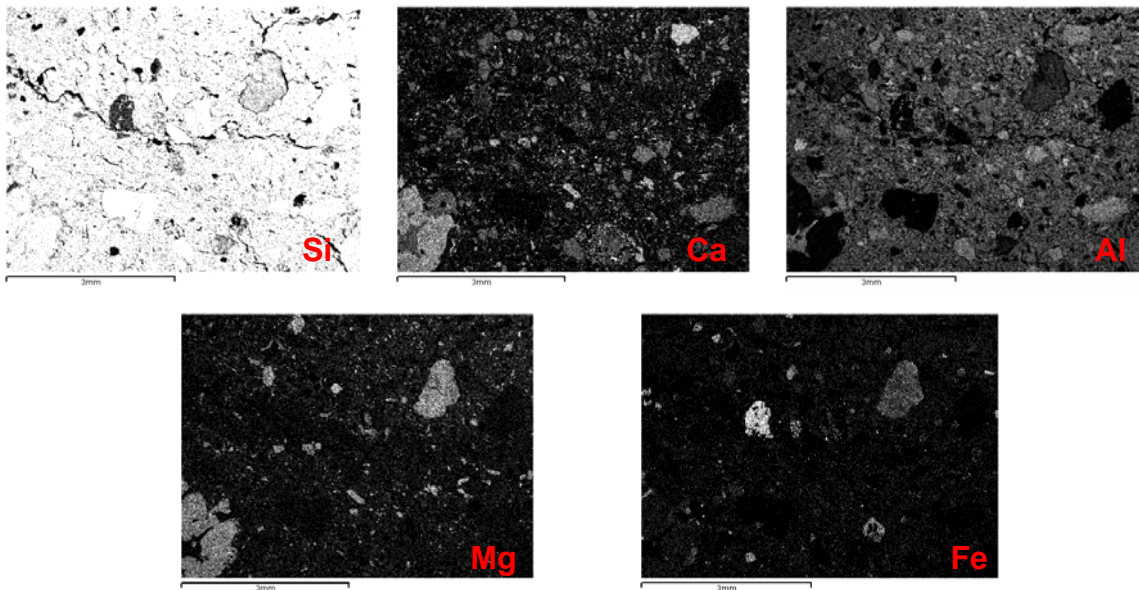


Figura 61 – Amostra P1: Observação ao MEV mapas de raios X dos elementos químicos identificados.

### Amostra P2:

A observação da superfície de fractura revela uma argamassa de cal aérea calcítica, em que predominam agregados ricos em silício, alumínio e magnésio. Algumas das partículas apresentam orlas de alteração ricas em cálcio em resultado da reacção com a cal. É ainda possível verificar indícios de recristalização de carbonatos, fundamentalmente em zonas de maior porosidade (fig. 62b,c), o que indicia fenómenos de dissolução/recristalização em resultado do contacto com água.

Na observação das superfícies polidas os mapas de raios X de Mg, Al, Si e Ca são muito intensos, facto que se deve à quantidade de rochas ígneas verdes empregues (xisto) e também, em comparação com a amostra P1, à grande proporção de cal calcítica.

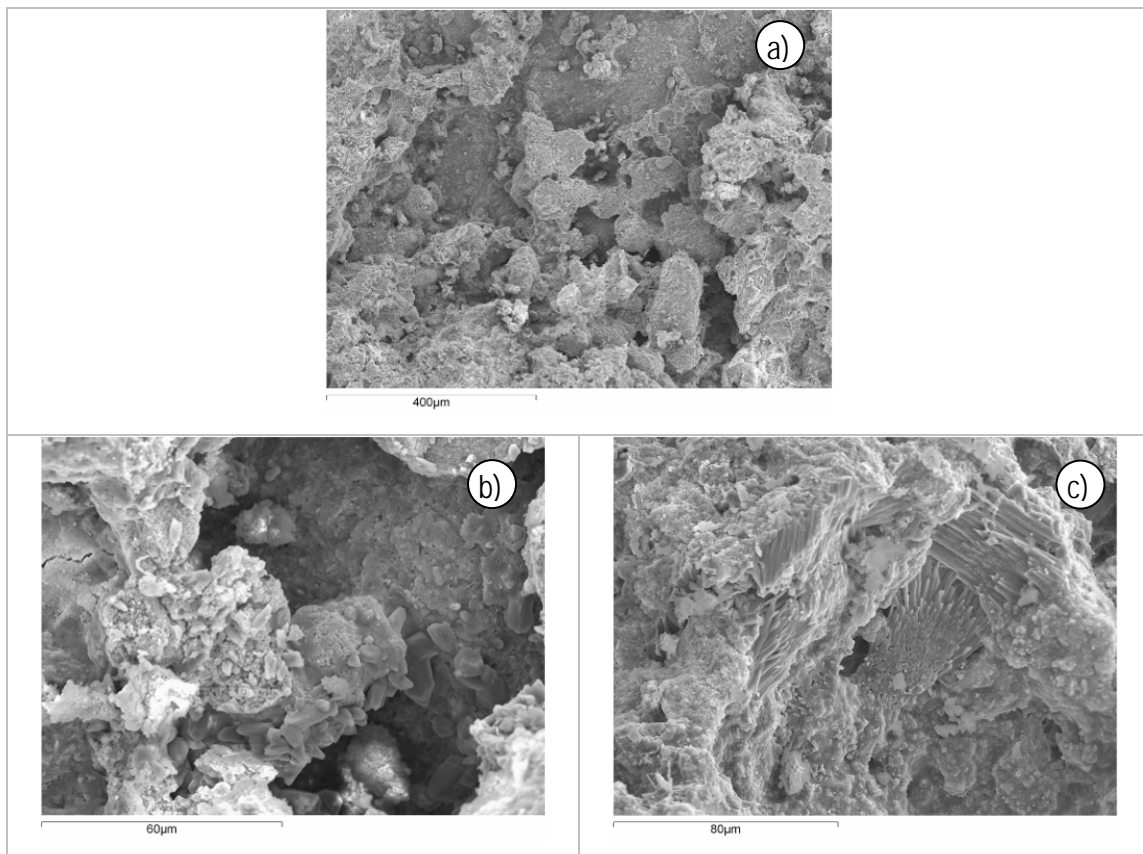


Figura 62 – Amostra P2: Observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) Aspecto geral da pasta; b,c) Produtos de neoformação (calcite) em zonas porosas;



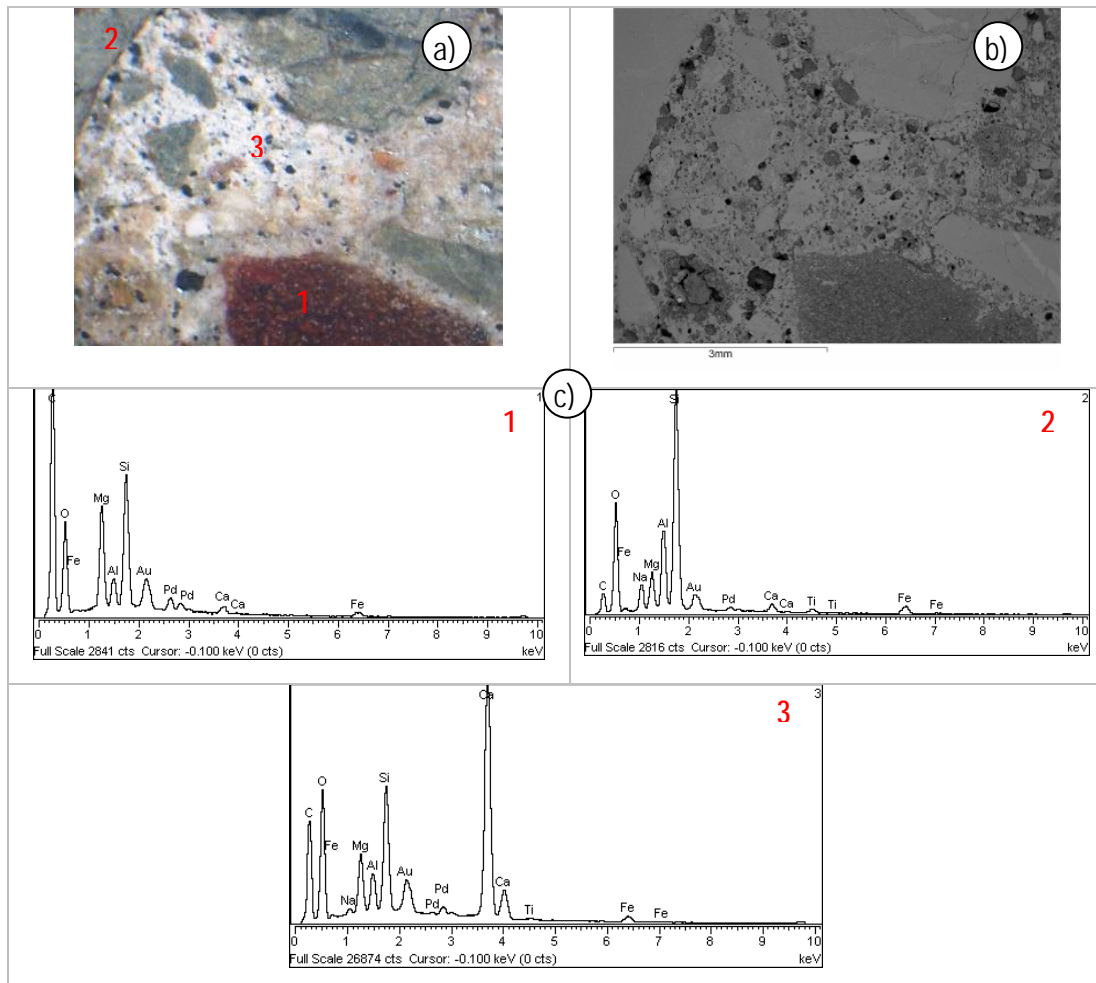


Figura 63 – Amostra P2: Observação em superfície polida: a) Observação ao microscópio estereoscópico da zona mais externa da amostra; b) Idem mas ao MEV; c) Espectros EDS das zonas indicadas.

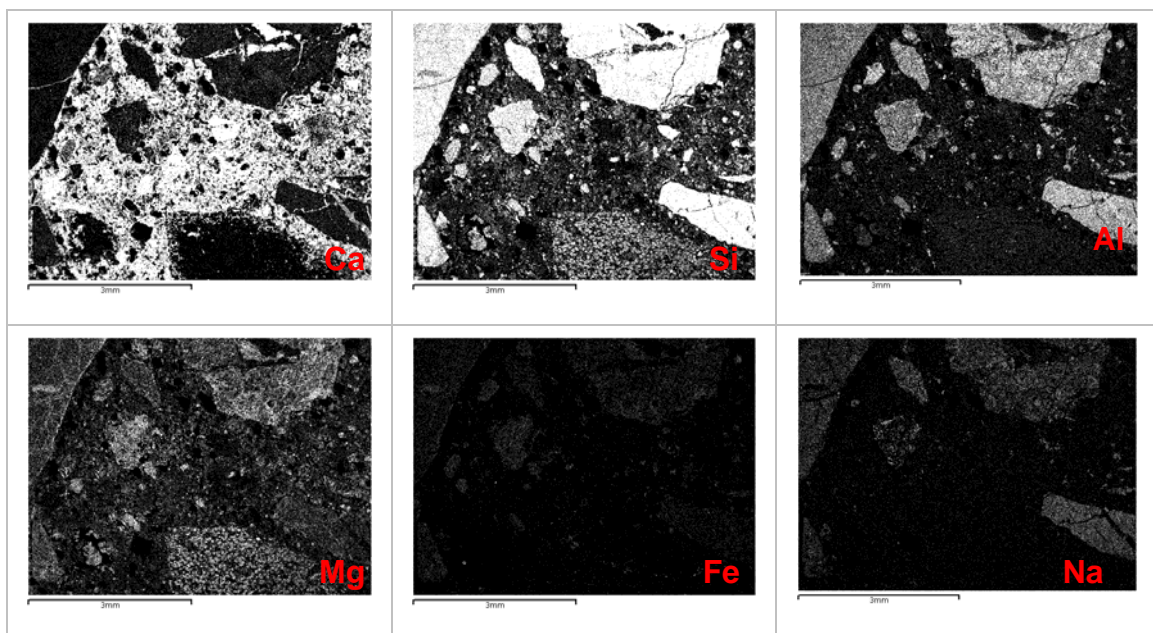


Figura 64 – Amostra P2: Observação ao MEV e mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra P3:

A observação da superfície de fractura evidencia uma argamassa relativamente compacta, notando-se que os agregados se encontram bem envolvidos na pasta e a existência de produtos de neoformação. A argamassa, que é pobre em ligante, caracteriza-se pela elevada proporção de fragmentos de tijolo (mapas de raios X dos elementos Al e Si). Nos agregados distinguem-se também partículas de feldspatos e grãos de rochas graníticas.

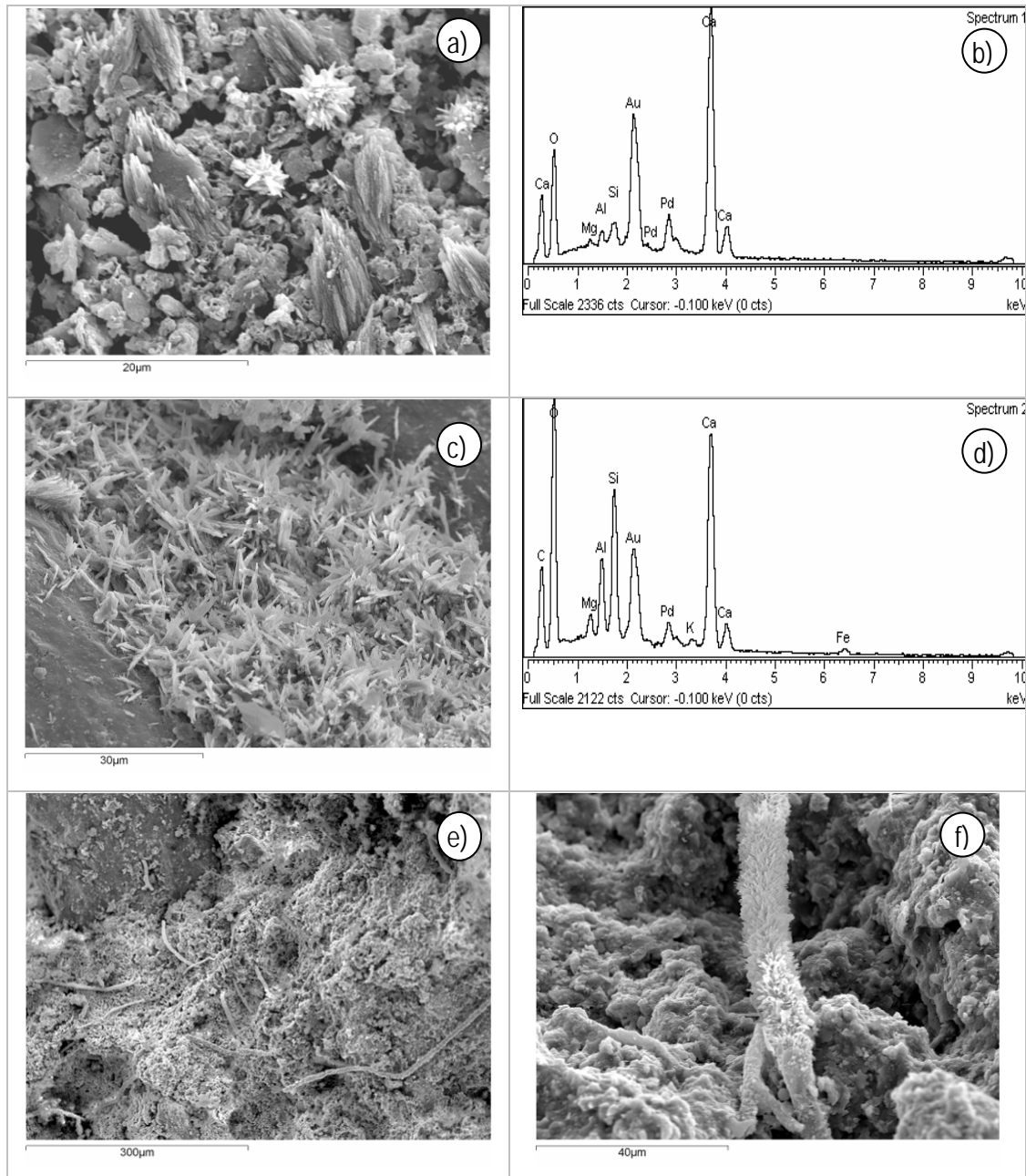


Figura 65 – Amostra P3: Observação da superfície de fractura ao MEV-EDS: a) Pormenor da pasta onde notam-se formações de calcite neoformada e (b) espectro EDS correspondente; c) Produtos de neoformação com cristalização acicular e (d) espectro EDS correspondente; e) Presença de filamentos provenientes de colonização biológica e (f) pormenor, onde é possível observar a presença de cristais de calcite na superfície do material orgânico.

Os mapas de raios X correspondentes às superfícies polidas colocam em evidência os elementos Si e Ca, respectivamente dos agregados e da pasta de cal. Comparativamente à amostra P2, a P3 tem menor quantidade de rochas ígneas e, em comparação com a P1, menor quantidade de tijolo.

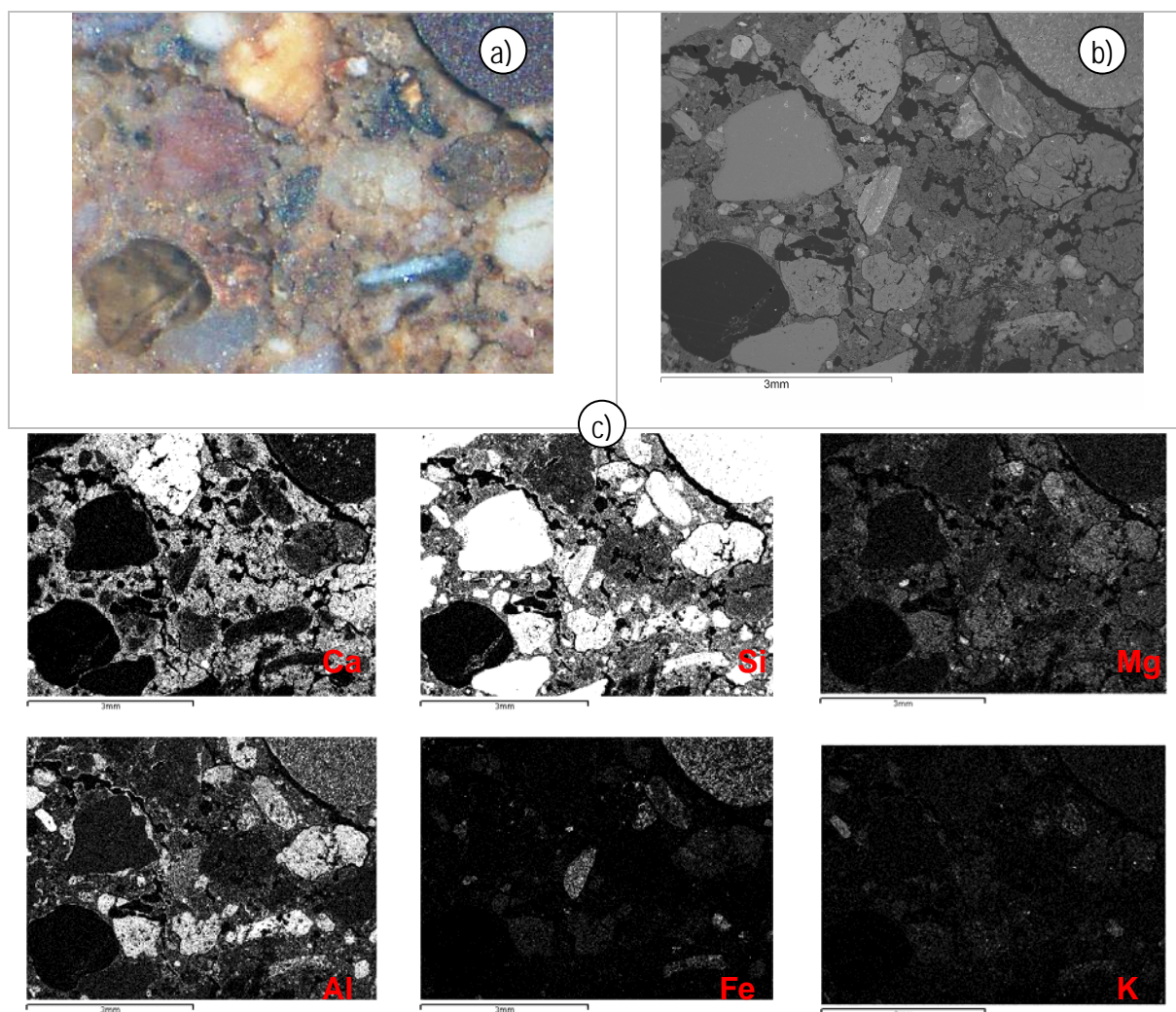


Figura 66 – Amostra P3: Observação em superfície polida da zona central da amostra: a) Observação ao microscópio estereoscópico; b) Idem mas observação ao MEV/EDS; c) Mapas de raios X dos elementos indicados.

Amostra P4:

Argamassa de cal calcítica rica em fragmentos de tijolo. Da análise dos mapas de raios X é possível concluir que há uma intensificação do elemento cálcio (Ca) na vizinhança das partículas de tijolo, comparativamente às de silício (Si), o que reflecte o carácter mais pozolânico (mais reactivo) do material cerâmico empregue nesta argamassa.

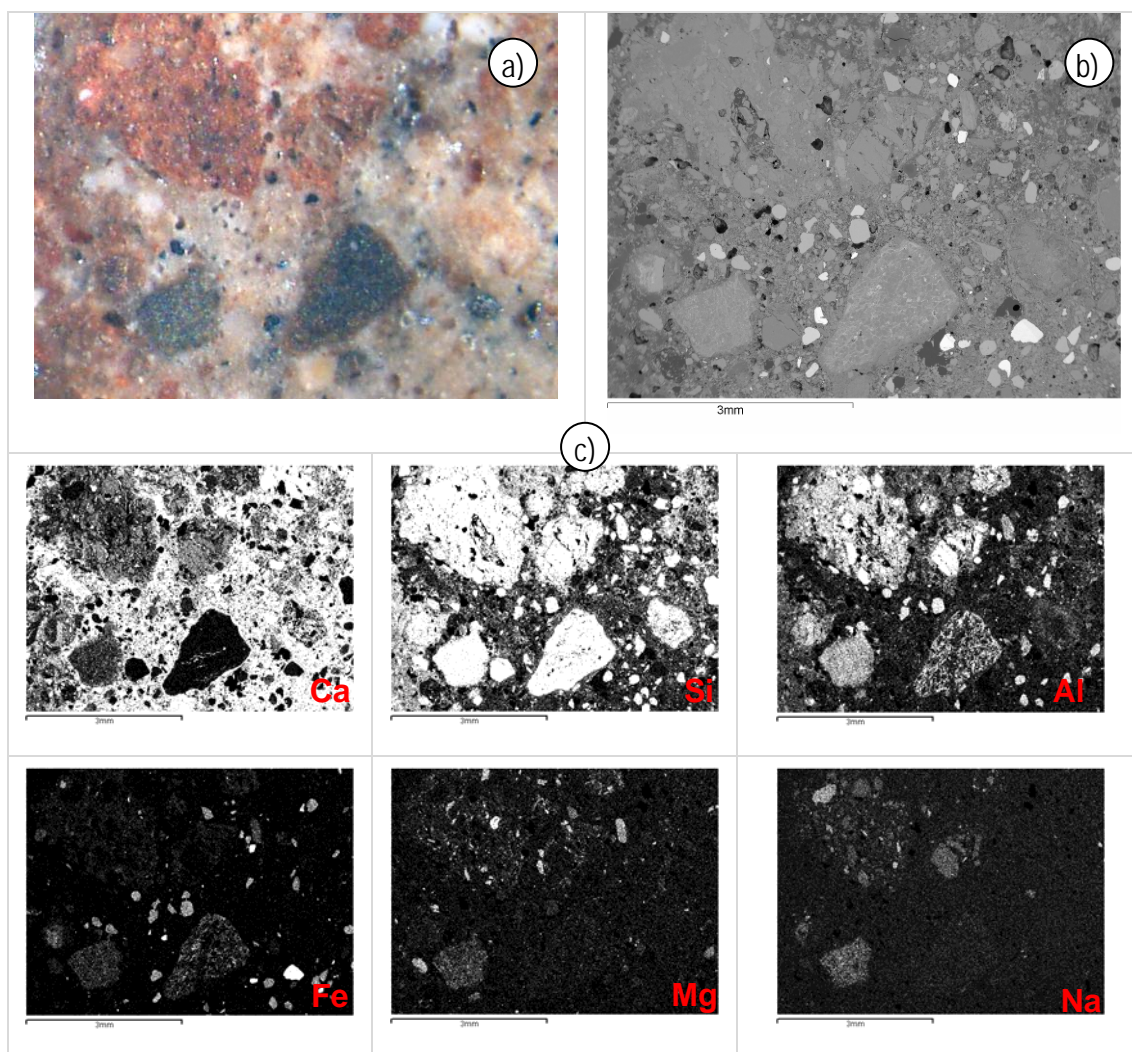


Figura 67 – Amostra P4: Observação em superfície polida da zona central da amostra: a) Observação ao microscópio estereoscópico; b) Idem mas observação ao MEV/EDS; c) Mapas de raios X dos elementos indicados.

Amostra P5:

A análise dos mapas de raios X mostra que os elementos Si e Ca são os predominantes nesta amostra, facto que se atribui à maior quantidade de agregados de natureza quartzosa na argamassa. Relativamente à quantidade de produtos de neoformação, existem em menor proporção comparativamente à amostra P4, o que parece estar associado à bastante menor quantidade de agregados cerâmicos empregues neste caso.

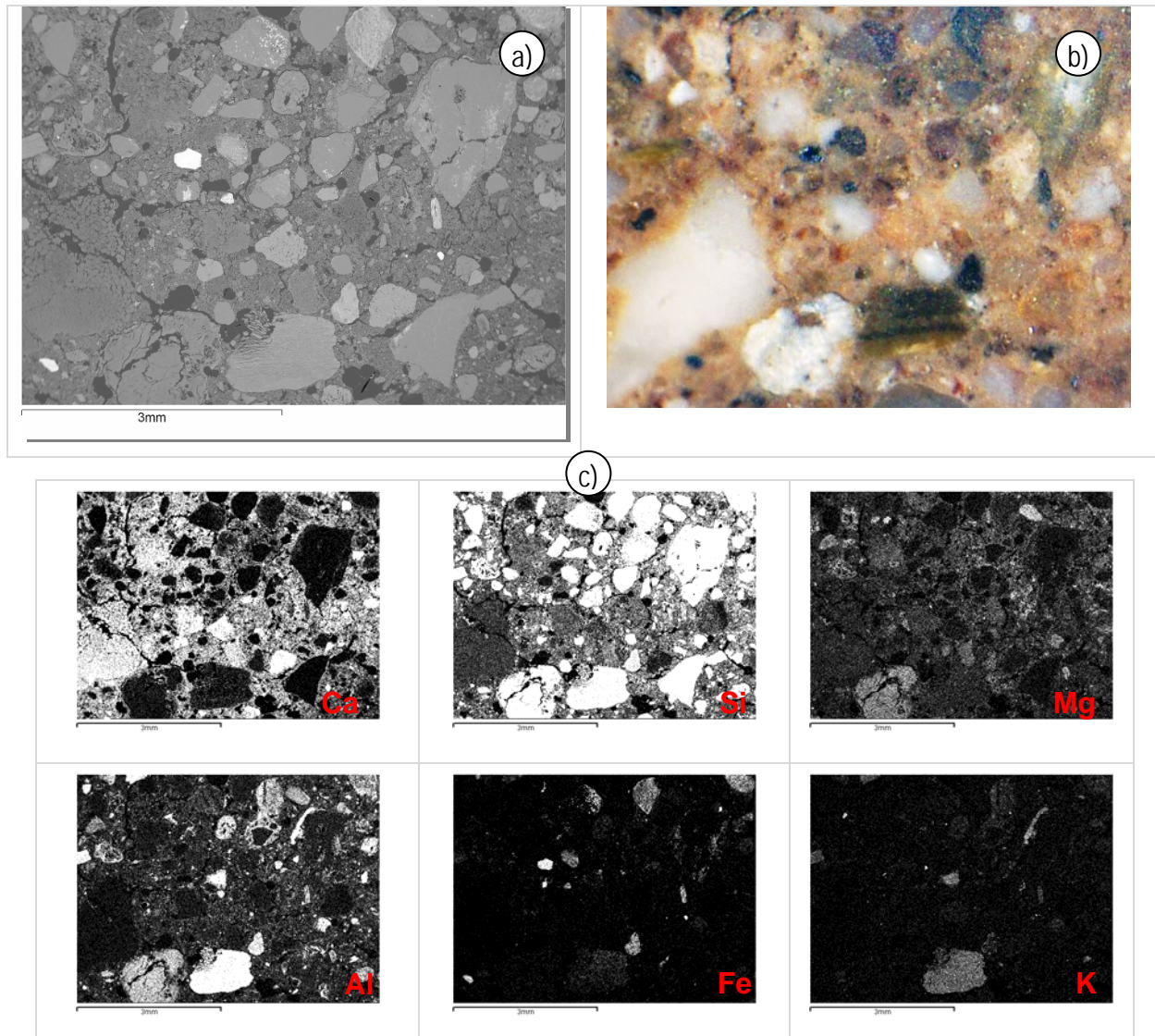


Figura 68 – Amostra P5: Observação da zona central da amostra em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra P6:

Amostra com características microestruturais e de distribuição elementar muito semelhantes às da amostra P4, caracterizada por mapas de raios X intensos dos elementos Al, Si, Ca e Mg, provavelmente devido ao tipo de materiais empregues como agregados (xisto, tijolo), e que se traduzem também por uma distribuição muito homogénea do elemento Ca o que traduz as boas características pozolânicas dos agregados usados; ao nível dos fragmentos de tijolo são evidentes diferenças quanto à composição química deste material o que parece corroborar a hipótese de emprego de diferentes tipos de cerâmica. De facto, parece que os fragmentos cerâmicos de cor mais alaranjada são os que apresentaram maior reactividade, já que o mapa de raios X do Ca mostra uma maior intensidade nas interfaces desses fragmentos.

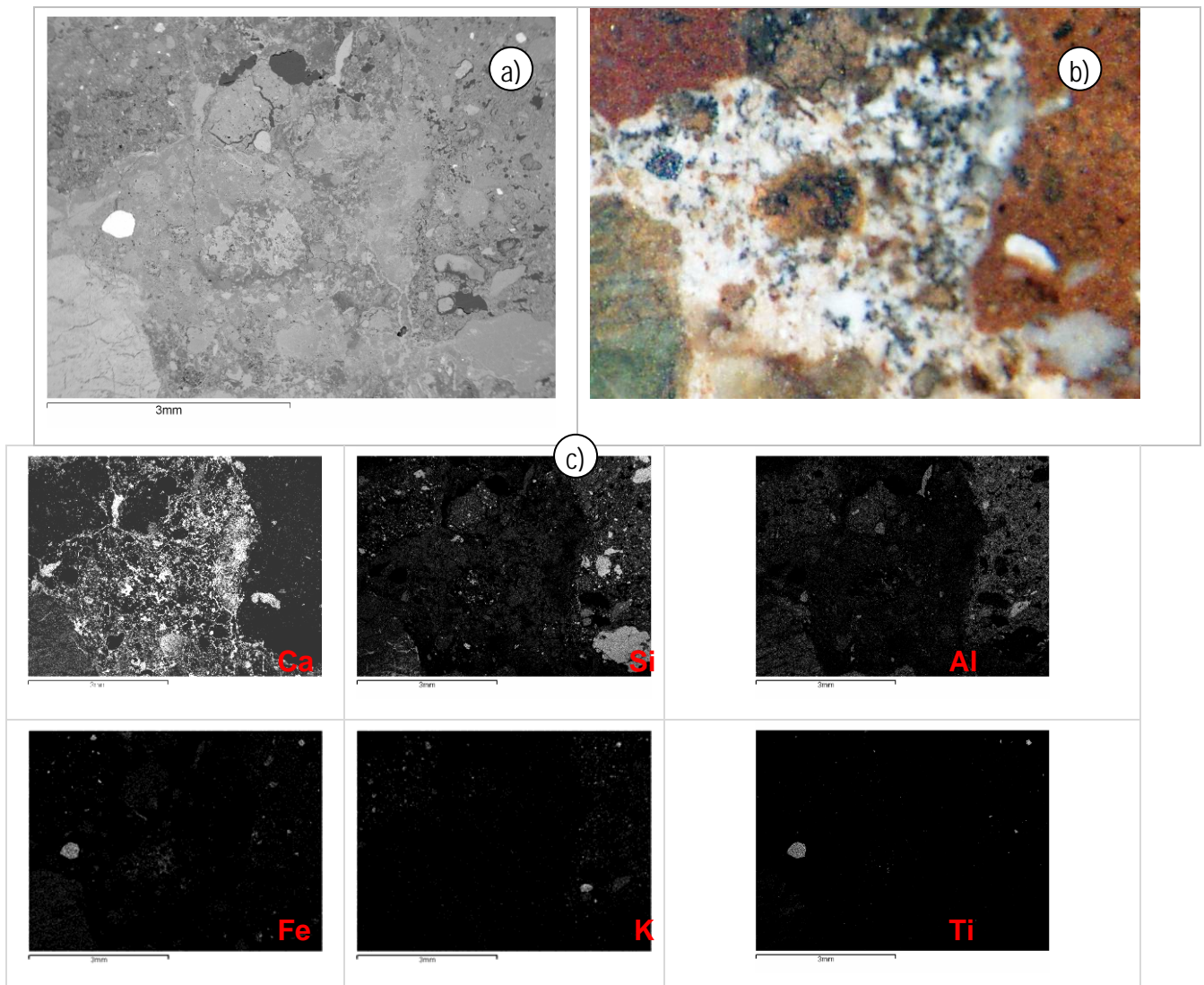


Figura 69 – Observação da amostra P6 em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV/EDS em que é visível um pormenor da zona central da amostra; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra P7:

Argamassa em que predominam os mapas de raios X dos elementos Al, Si e Ca, o que está relacionado com o uso duma elevada quantidade de fragmentos cerâmicos.

Apesar do uso de cerâmica não houve o cuidado de apagar e/ou moer a cal de forma tão cuidada como nas argamassas P4 e P6, o que se traduziu por uma menor resistência mecânica desta argamassa; de facto a presença de nódulos de cal de forma arredondada indica que a cal foi mal extinta, e foram encontrados agregados de carbonato de cálcio parcialmente dissolvidos, o que é indicativo da descarbonatação incompleta durante a produção da cal.

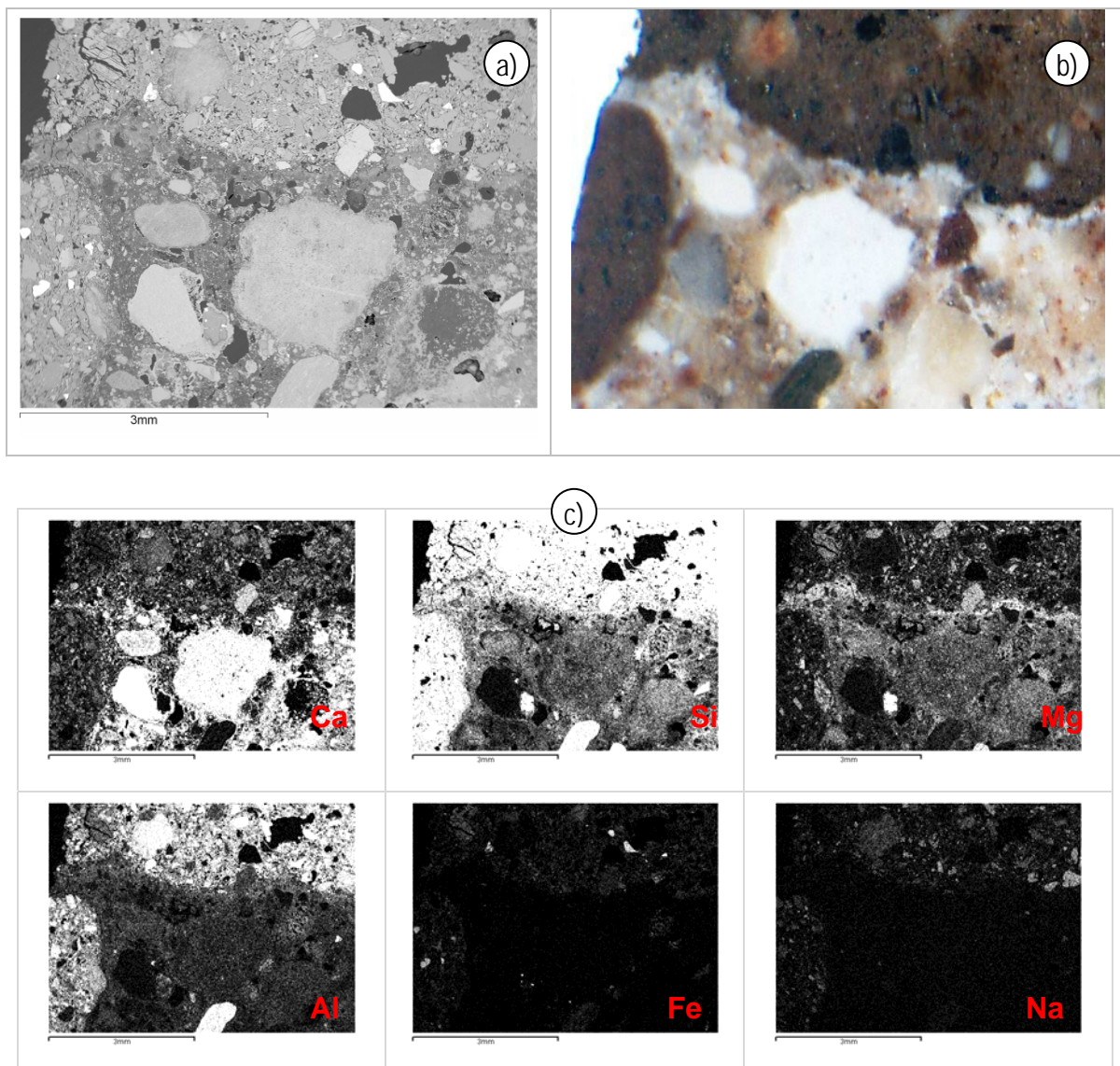


Figura 70 – Observação da amostra P7 em superfície polida: a) Aspecto geral da amostra ao MEV/EDS; b) Idem, mas observação ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra P8:

Argamassa de cal calcítica com agregados quartzíticos e de xisto alterado, em que há a assinalar a presença de colonização biológica (Figura 71b). Tal como nas amostras precedentes, é visível em superfície polida o predomínio dos elementos Al, Si e Ca, fundamentalmente devido aos agregados de rochas ígneas, que embora alterados não parecem ter tido a mesma influência na formação de compostos pozolânicos com a cal.

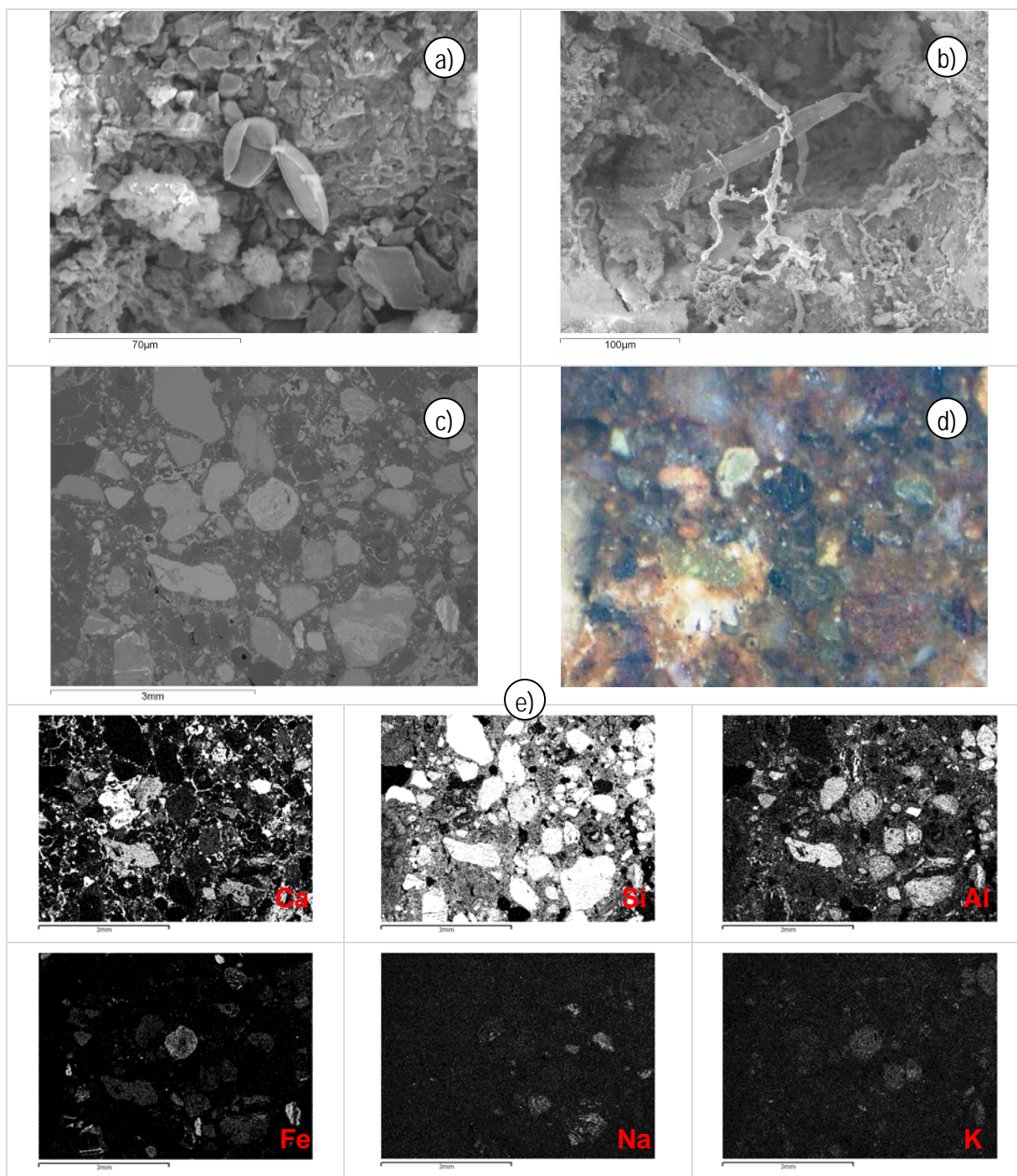


Figura 71 – Observação da amostra P8 ao MEV: a,b) Pormenores de superfícies de fractura que mostram a presença de colonizações biológicas; c) Aspecto duma superfície polida; d) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; e) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.



Amostra PM:

Argamassa em que predominam os elementos Al, Si, Ca e Mg, mais uma vez relacionados com a mineralogia dos agregados ígneos empregues (xisto predominantemente); embora a distribuição do elemento Ca seja relativamente homogénea, esta argamassa apresentava baixa resistência mecânica o que se atribui à alterabilidade do xisto empregue.

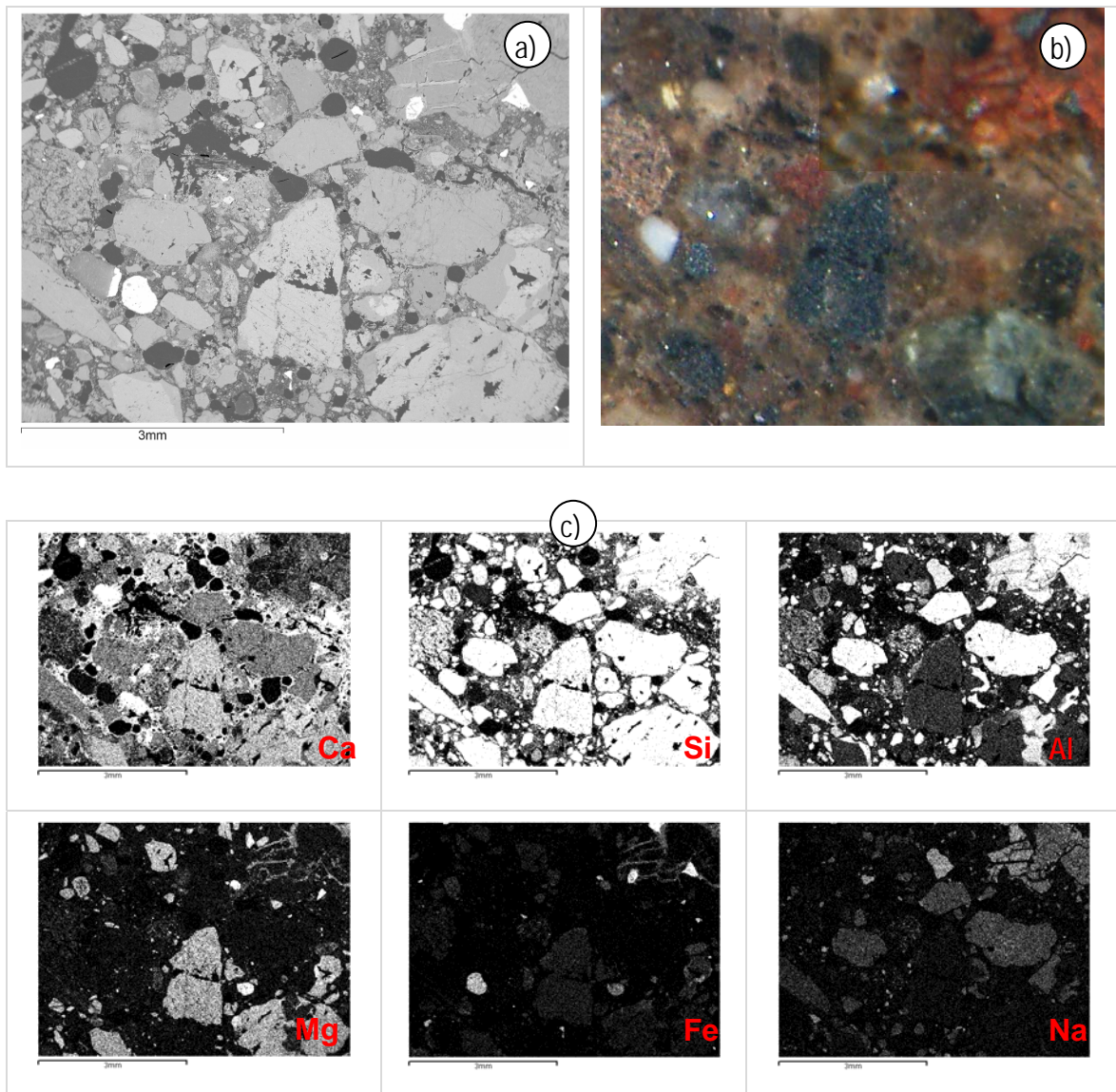


Figura 72 – Observação da amostra PM em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra PB1:

Argamassa de cal calcítica com frequentes zonas onde é visível ter havido precipitação/recristalização de carbonatos de cálcio (calcite e aragonite), provavelmente devido à acção continuada da água. De referir, que esta amostra foi retirada do interior da parede montante da barragem.

A observação de superfícies polidas, revela distribuições elementares semelhantes e que se caracterizam por mapas de raios X intensos dos elementos Al, Si, Ca e Mg, o que está relacionado directamente com o tipo de agregados xistosos maioritariamente empregues.

A fraca resistência mecânica destas argamassas parece dever-se ao grau de alterabilidade das rochas empregues, já que um termos de distribuição e tamanho do grão de cal não seria de pressupor esse comportamento.

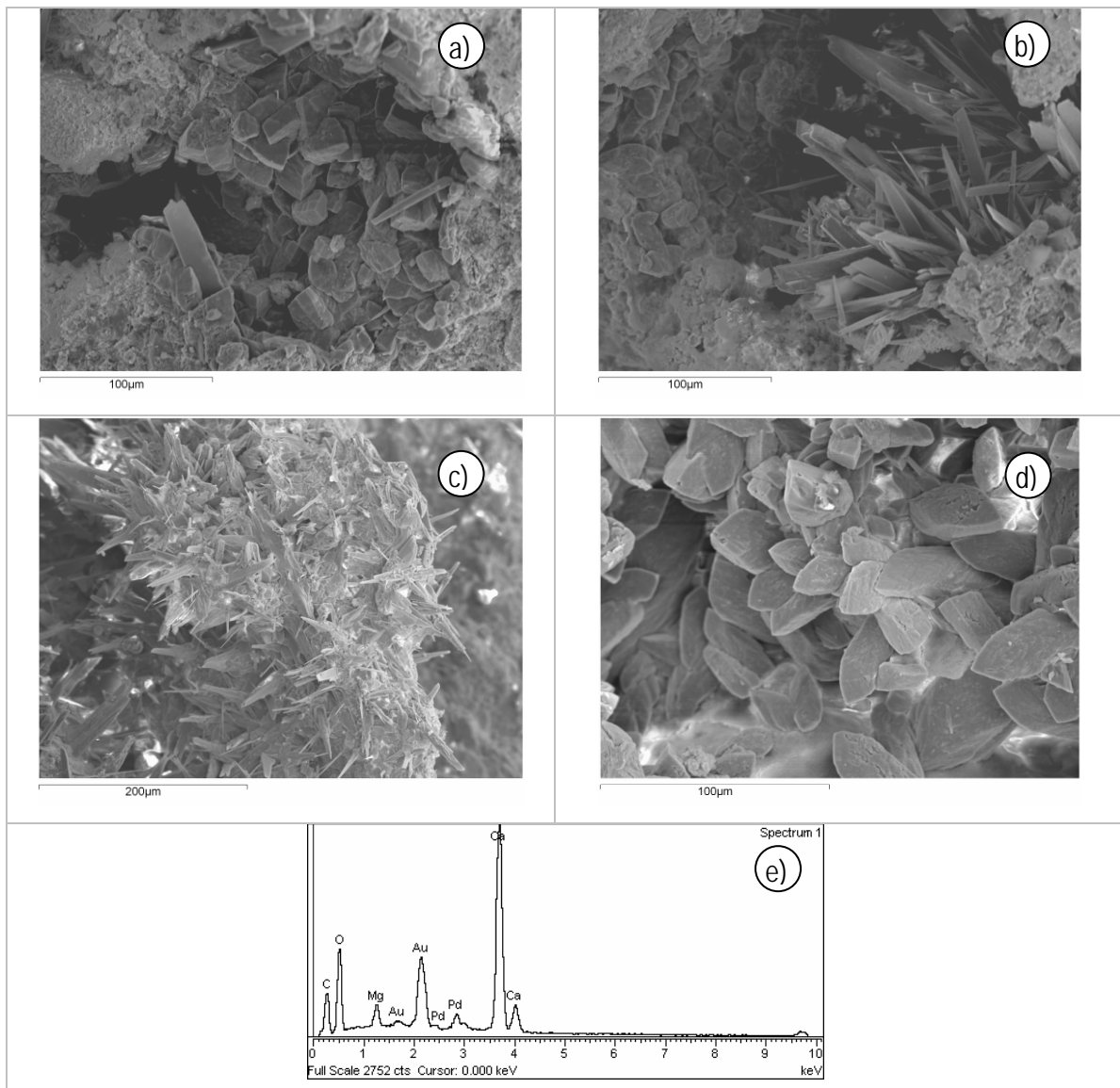


Figura 73 – Observação da amostra PB1 em superfície de fractura ao MEV, em que são visíveis formações de carbonatos de cálcio provenientes de recristalização, com aspecto acicular (b) (aragonite) e ortorômbico (a,c,d) (calcite); e) Espectro EDS correspondente aos carbonatos.

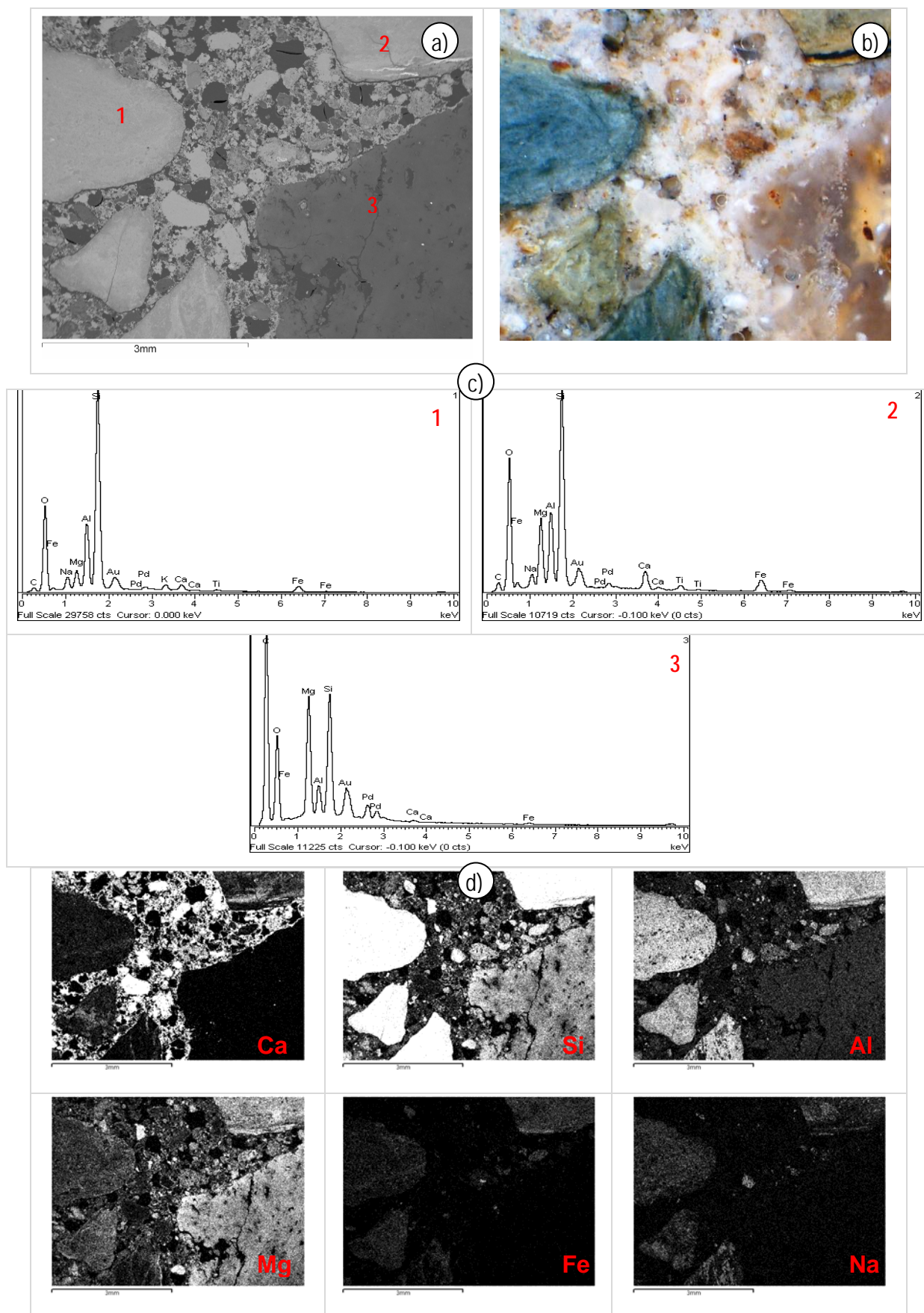


Figura 74 – Observação da amostra PB1 em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Espectros EDS das zonas assinaladas em (a); d) Mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

Amostra PB2:

A observação de superfícies polidas, revela distribuições elementares semelhantes e que se caracterizam por mapas de raios X intensos dos elementos Al, Si, Ca e Mg, o que está relacionado directamente com o tipo de agregados xistosos maioritariamente empregues.

A fraca resistência mecânica destas argamassas parece dever-se ao grau de alterabilidade das rochas empregues, já que um termos de distribuição e tamanho do grão de cal não seria de pressupor esse comportamento.

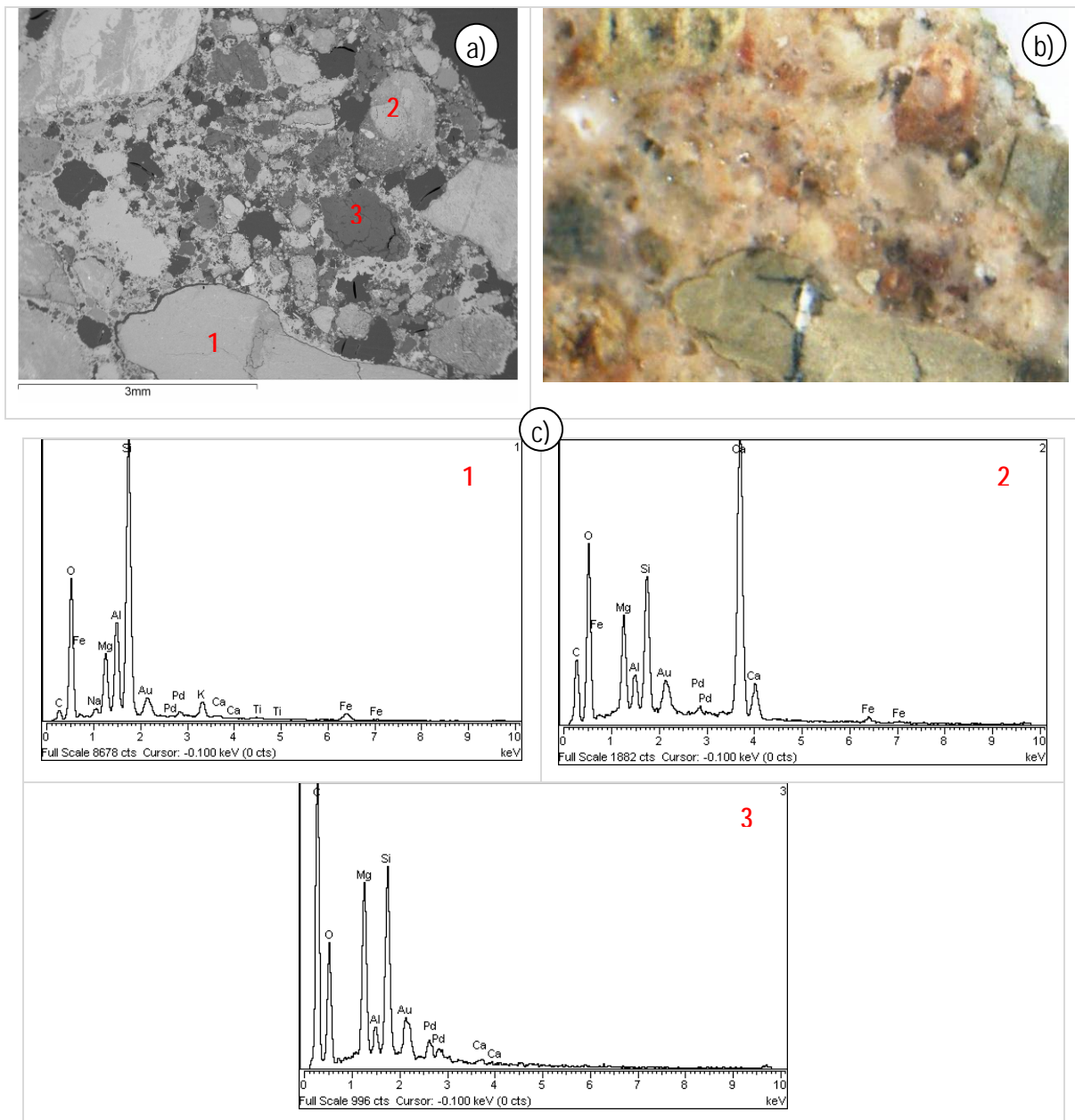


Figura 75 – Observação da amostra PB2 em superfície polida: a) Aspecto ao MEV; b) Idem, mas ao microscópio estereoscópico; c) Espectros EDS das zonas assinaladas em (a).

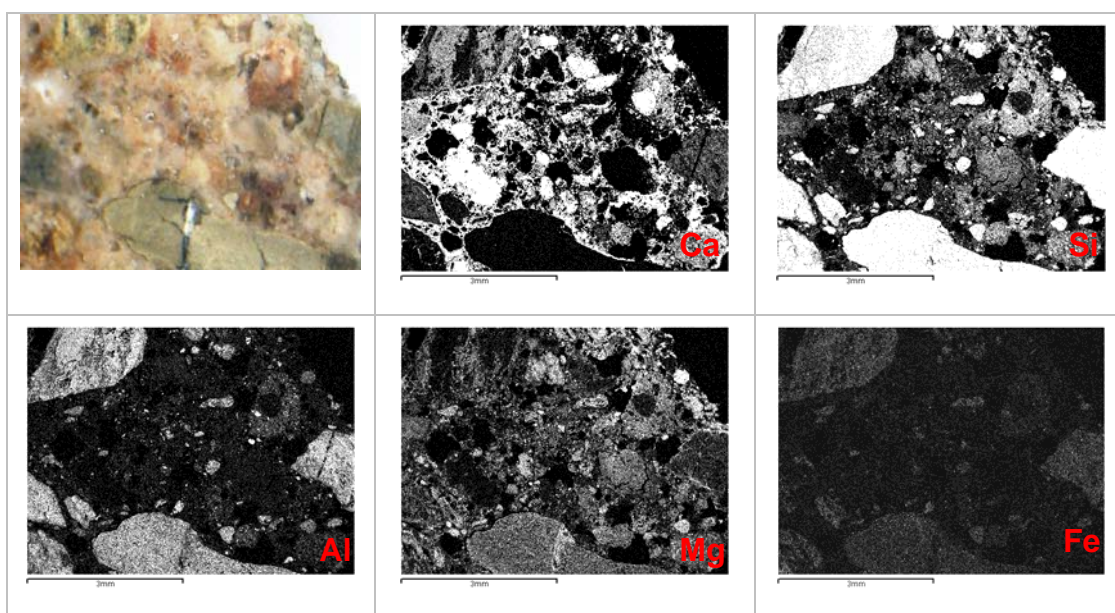


Figura 76 – Observação da amostra PB2: mapas de raios X dos elementos químicos indicados.

A observação ao MEV/EDS das lâminas delgadas e das secções polidas em complemento com as análises de DRX mostram que foram utilizados dois tipos de agregados: agregados de rio constituídos essencialmente por fragmentos de xisto e quartzo, além de pequenas quantidades de mica, feldspatos e anfíbulas. Também se detectou a adição de fragmentos cerâmicos e a presença de compostos hidráulicos originados pelas reacções pozolânicas entre a cal, cerâmica e os minerais mais alterados dos agregados. A presença de fragmentos cerâmicos nestas amostras era esperada devido ao seu uso ser bastante comum no Período Romano, particularmente nas construções que estariam em contacto permanente com a água, como cisternas, tanques, pontes, etc.. A adição de fragmentos de cerâmica tinha como objectivo aumentar a hidráulidade das argamassas, tornando-as mais impermeáveis à água.

### 3.8 – Composição das argamassas

No quadro 5 apresenta-se a composição simplificada de algumas das amostras de argamassa, calculada com base no método de "Jedrzejewska" [10] para argamassas de cal antigas, o qual considera três tipos de constituintes: "areia" (correspondente ao resíduo insolúvel do ataque ácido), "carbonatos" e "fracção solúvel" em ácido (compostos solúveis em ácido sem formação de dióxido de carbono).

Quadro 10 – Composição simplificada das argamassas (% em massa)

Identificação	Areia <sup>(1)</sup>	Carbonatos <sup>(2)</sup>	Fracção Solúvel <sup>(3)</sup>
P2	43	46	11
P3	61	29	10
P4	61	29	10
P8	63	21	16

(1) – Resíduo insolúvel em ácido nítrico, RI

(2) – Calculado a partir dos teores de CaCO<sub>3</sub> por ATG

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

O maior valor da fracção solúvel é indiciador duma maior quantidade de compostos de neoformação e/ou hidráulicos, devido ao emprego de agregados alterados e tijolo, conforme se verificou na análise petrográfica (secção 3.3). É sabido que os compostos siliciosos presentes nos materiais pozolânicos (agregados alterados/pozolanas naturais/pozolanas artificiais) reagem com a cal, em presença de humidade, dando origem à formação de silicatos e aluminatos de cálcio hidratados, compostos estes que contribuem para uma maior durabilidade das argamassas de cal.

A composição actual das argamassas (quadro 5) traduz relações ponderais de:

- Argamassa P2: 1 cal hidratada : 1 areia;
- Argamassa P3 e P4: 1 cal hidratada : 3 areia;
- Argamassa P8: 1 cal hidratada : 4 areia.

#### 4 – APRECIÇÃO GERAL DOS RESULTADOS

---

Da análise dos resultados dos ensaios de caracterização efectuados podem retirar-se as seguintes conclusões:

- Todas as argamassas apresentam como ligante cal aérea calcítica;
- As argamassas não revelaram indícios de alteração química, nomeadamente por sais de iões cloreto e/ou sulfato, o que pode ter contribuído para o bom estado de conservação geral das argamassas da *villa* romana de PISOES;
- A argamassa P1 é uma argamassa de juntas muito pobre em ligante, sendo caracterizada por uma grande quantidade de material argiloso e/ou cerâmico e ainda fragmentos de rochas granitóides. A presença de materiais com características pozolánicas, como o pó de tijolo, poderá justificar-se por preocupações relacionadas com a funcionalidade, encontrando-se esta argamassa na parte das termas (*caldarium*).
- A argamassa P2 é uma argamassa de juntas com agregados maioritariamente de rochas ígneas ácidas e quartzíticas, com incorporação de fragmentos de tijolo; a composição actual revela um traço ponderal muito rico em ligante (1:1);
- A argamassa P3 é uma argamassa de reboco, com nódulos brancos de cal de média dimensão, o que pode significar um menor cuidado na sua calcinação/extinção [11], com agregados maioritariamente siliciosos e alguns cerâmicos. A composição actual da argamassa apresenta um traço ponderal de 3 areia : 1 cal, composição muito usual das argamassas do período romano [12];
- A argamassa P4 é uma argamassa de assentamento de mosaicos com um traço ponderal semelhante à da argamassa P3, embora os agregados sejam maioritariamente cerâmicos (tijolo), o que terá contribuído para uma resistência mecânica mais elevada comparativamente à da argamassa P3;
- A argamassa P5 é uma argamassa de reboco em que foram usados como agregados fragmentos de xisto e tijolo;
- A argamassa P6 é uma argamassa de revestimento com agregados de rochas ígneas muito alteradas e fragmentos cerâmicos, e em que a cal, tal como na argamassa P3, também ocorre sob a forma de grandes nódulos. As observações das lâminas delgadas, que mostraram a presença de reacções químicas na interface da pasta-fragmentos cerâmicos [8], são consistentes com a presença de compostos hidráulicos, nomeadamente carboaluminatos de cálcio hidratado detectados por DRX.
- A argamassa P7 é uma argamassa de revestimento muito semelhante à da argamassa P3.

- A argamassa P8 é uma argamassa de reboco com agregados cerâmicos e de rochas ígneas muito alteradas. O traço ponderal indica uma relação 4 areia : 1 cal, ou seja um traço semelhante à das argamassas P3 e P4;
- A argamassa PM é uma argamassa de revestimento com agregados siliciosos e cerâmicos;
- As argamassas PB1 e PB2 são argamassas de revestimento muito semelhantes entre si e com agregados semelhantes aos da argamassa P2;
- Um aspecto a salientar nestas amostras foi a presença nos agregados de xistos da região e anfíbolos, o que pode ser atribuído a materiais provenientes de origem aluvionar, corroborando outras observações que indicavam os sedimentos de rios como a fonte mais provável dos agregados siliciosos.

A presença de anfíbolos, rochas ígneas e xistosas ajudou-nos na identificação da provável origem dos agregados, que, de acordo com a geologia do Alentejo [13], parece derivar dos arredores da *villa*, provavelmente do Rio Guadiana.

O estudo destas argamassas permitiu concluir que no Período Romano existia um conhecimento bastante aprofundado sobre as propriedades dos materiais de construção bem como uma criteriosa selecção dos materiais para os objectivos pretendidos. Verificou-se a sistemática incorporação de materiais com características pozolânicas, nomeadamente fragmentos cerâmicos [14], que visavam a obtenção de argamassas de maior durabilidade e com propriedades hidráulicas [15].



## Agradecimentos

Os autores querem expressar o seu agradecimento aos vários técnicos envolvidos na gestão e conservação dos monumentos que serviriam de fonte de estudo para este trabalho.

Um especial agradecimento ao Prof. Doutor José Mirão do Departamento de Geociências da Universidade de Évora e à Dra. Priscila Menezes do IPT de São Paulo, Brasil, pelo apoio na observação petrográfica, e à Dra. Dora Soares pelo apoio nos ensaios químicos e à Dra. Paula Menezes pelo apoio na parte de microscopia óptica e electrónica.

Lisboa e Laboratório Nacional de Engenharia Civil, I.P. em Junho de 2010.

### VISTOS

### AUTORIAS

A Chefe do Núcleo de Materiais Metálicos

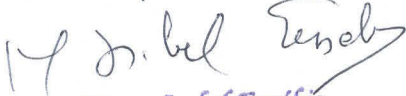


Maria Manuela Salta  
Investigadora Coordenadora



Giovanni Borsoi  
Químico, Estagiário

O Director do Departamento de Materiais



Maria Isabel Eusébio  
CHEFE DO NÚCLEO DE MATERIAIS  
ORGÁNICOS



António Santos Silva  
Investigador Auxiliar

## BIBLIOGRAFIA

1. Ricardo, J.M., Santos Silva, A., *Caracterização de Argamassas Romanas*, Relatório 28/05 – NMM, Lisboa: LNEC, 2005, p. 95.
2. Santos Silva, A., Paiva, M., Ricardo, J., Salta, M., Monteiro, A.M., Candeias, A.E., *Characterisation of roman mortars from the archaeological site of Tróia (Portugal)*, In *Materials Science Forum*, Vols. 514-516, 2006, p. 1643-1647.
3. Santos Silva, A., Ricardo, J., Salta, M., Adriano, P., Mirão, J., Candeias, A.E., Macias, S., *Characterization of Roman Mortars from the Historical Town of Mértola*, Proceedings of the International Conference on Heritage, Weathering and Conservation Conference, Madrid, Spain, ISBN 0-415-41272-2, 2006, pp. 85-90.
4. Adriano, P., Santos Silva, A., *Caracterização de Argamassas do Período Romano e Árabe da vila de Mértola*, Relatório 200/06 – NMM, Lisboa: LNEC, 2006, p. 59.
5. Marques, J., Ruas, H., Gonçalves, S., Briosas, F., *Guia a villa romana de Pisões*, elaborado pelo IPPAR (Instituto Português do Património Arquitectónico), Lisboa, Outubro 2000.
6. Veiga, M.R., Aguiar, J., Santos Silva, A., Carvalho, F., *Methodologies for characterization and repair of mortars of ancient buildings*, Proceedings of the 3<sup>rd</sup> International Seminar on Historical Constructions, Guimarães, 2001, p. 353 - 362.
7. Santos Silva, A., *Caracterização de Argamassas Antigas – Casos Paradigmático*, Cadernos de Edifícios N<sup>o</sup> 2 – Revestimentos de paredes em edifícios antigos, LNEC, 2002, p. 87-101.
8. Bakolas, A., Biscontin, G., Moropoulou, A., Zendri, E., *Characterization of structural Byzantine mortars by thermogravimetric analysis*, *Thermochimica Acta*, 321, 1998, p. 151-160.
9. T. Cruz Guerreiro, A. Santos Silva, *Aplicação de análise petrográfica na caracterização de argamassas antigas*, LNEC, Relatório 34172006 – NMM.
10. Jedrzejewska, H., *Old mortars in Poland: a new method of investigation*, *Studies in Conservation* 5, 1960, pp. 132 - 138.
11. Velosa, A., Veiga, R., *Use of Additivated Lime Mortars for Old Building Rehabilitation - Adapted Testing Methods*, Universidade de Aveiro, LNEC, Relatório 2002.
12. M.P.Vitruvio, *De Architectura*, revisto da Migotto ,L., Studio Tesi Edizioni, Pordenone, 1990.
13. Adriano, P., Santos Silva, A., 2006, *Caracterização de argamassas antigas da Igreja de Santa Maria de Évora – Sé Catedral de Évora*, LNEC, Relatório 59/06 – NMM.
14. Baronio, G.; Binda, L., *Study of the pozzolanicity of some bricks and clays*, *Construction and Building Materials*, v.11, n.1, 1997, p.41-46.
15. Moropoulou, A., Bakolas, A., Bisbikou, K., *Investigations of the technology of historic mortars*, *Journal of Cultural Heritage*, Amsterdam, 2000, pp. 45-58.

