



**Maria Inês Santos de Lemos Cardoso**

Licenciada em Conservação e Restauro

**Cidade Romana de *Ammaia*: estudo das argamassas**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em  
Conservação e Restauro

Orientador: Doutor José Mirão, Professor Auxiliar,  
Universidade de Évora

Co-orientador: Doutora Maria Filomena Macedo Dinis,  
Professora Auxiliar, Faculdade de Ciências  
e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

Co-orientador: Doutor António Candeias, Professor Auxiliar,  
Universidade de Évora

Júri:

Presidente: Prof. Doutora Ana Maria Martelo Ramos  
Arguente(s): Prof. Doutora Maria Amélia Alves Rangel Dionísio  
Vogal(ais): Prof. Doutor José António Paulo Mirão  
Prof. Doutora Maria Filomena Macedo Dinis  
Prof. Doutor António José Estevão Grande Candeias

# CIDADE ROMANA DE *AMMAIA*: ESTUDO DAS ARGAMASSAS

**Maria Inês Santos Lemos Cardoso**

Dissertação de Mestrado em Conservação e Restauro

Área de especialização: Pedra (argamassas)

**Orientador Científico:**

Professor Doutor José António Paulo Mirão

Laboratório HERCULES e Centro de Geofísica de Évora – Universidade de Évora

**Co-orientador Científico:**

Professor Doutor António José Estevão Grande Candeias

Laboratório HERCULES e Centro de Química de Évora – Universidade de Évora / Laboratório de Conservação e Restauro José de Figueiredo – Instituto dos Museus e da Conservação

**Co-orientador científico:**

Professora Doutora Maria Filomena Macedo Dinis

VICARTE - Departamento de Conservação e Restauro – Faculdade de Ciências e Tecnologia – Universidade Nova de Lisboa

**Presidente do Júri:**

Professora Doutora Ana Maria Martelo Ramos

Universidade Nova de Lisboa, Faculdade de Ciências e Tecnologia

**Arguente:**

Professora Doutora Maria Amélia Alves Rangel Dionísio

Universidade Técnica de Lisboa, Instituto Superior Técnico

Novembro 2011

# **CIDADE ROMANA DE *AMMAIA*: ESTUDO DAS ARGAMASSAS**

Copyright © 2011

Maria Inês Santos de Lemos Cardoso

Faculdade de Ciências e Tecnologia/Universidade Nova de Lisboa

Universidade Nova de Lisboa

## **Direitos de cópia**

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

## **Agradecimentos**

Na concretização deste trabalho estiveram envolvidas várias pessoas e instituições, às quais expresseo o meu maior agradecimento:

À **Fundação para a Ciência e Tecnologia**, a bolsa de financiamento integrada no *Projecto Ammaia* - PTDC/HIS-ARQ/103227/2008; da **Faculdade de Ciências e Tecnologia/Universidade Nova de Lisboa**, à minha co-orientadora Professora Filomena Macedo, à Professora Maria João Melo e à Ana Maria Martins; do **Laboratório HERCULES/Universidade de Évora**, ao meu orientador Professor José Mirão e co-orientador Professor António Candeias, à Professora Cristina Dias, à Professora Teresa Ferreira, à Professora Dora Teixeira, ao Doutor Nick Schiavon, à Doutora Milene Gil, à Doutora Patrícia Moita, à Sara Valadas, à Lúcia Rosado, à Lúcia Tobias, ao Luís Dias, à Rita Vaz Freire e ao Nuno Carriço; do **Departamento de Geociências/Universidade de Évora**, à Sandra Velez e ao Jorge Velez, do **CIDEHUS/Universidade de Évora**, ao Professor Frank Vermeulen, à Doutora Cristina Corsi, ao Joaquim Carvalho, à Dulce Osório, à Valentina Castro, à Madalena Vaz Freire, à Sara Persichini, ao Nicola Shiovottiello e à Helena Solano; da **Fundação Cidade de Ammaia**, ao Eng. Carlos Melancia, ao Professor Francisco Teixeira, à Sofia Borges, ao João Aires, ao Bento Mota, ao Jorge Raposo e à D. Mariana Trigueiro; da **Universidade de Ghent/Projecto Radio-Past**, ao Devi Taelman; do **Laboratório Nacional de Engenharia Civil**, ao Doutor António Santos Silva e ao Professor José Delgado Rodrigues e da **Nova Conservação, Lda.**, ao Nuno Proença, à Ana Maria Moita, à Marta Raposo, à Carla Fouto e a toda a família NC.



## Resumo

A cidade romana de *Ammaia* (Marvão) é considerada o testemunho mais importante da presença romana no distrito de Portalegre e a única cidade conhecida na região. De acordo com as evidências históricas e arqueológicas, a *Ammaia* terá sido edificada no século I a.C, atingindo o seu auge na segunda metade do século I até ao final do século II, como um importante centro urbano da Lusitânia. Neste trabalho foram analisadas as 19 argamassas de assentamento e revestimento das estruturas de alvenaria da Torre Oeste (Porta Sul), da área habitacional junto à Torre Oeste, do *macellum*, do *peristylum*, das termas, do *podium* do templo e do pórtico do *fórum*. A metodologia de caracterização química, mineralógica e microestrutural das argamassas envolveu diversas técnicas complementares, tais como, a estereomicroscopia, difracção de raios-X, análise termogravimétrica e análise térmica diferencial, microscopia electrónica de varrimento com espectroscopia de raios X dispersiva de energia acoplada e colorimetria. Os resultados indicam que as argamassas correspondentes ao início da edificação da cidade eram essencialmente constituídas por terra. Posteriormente, as argamassas passaram a ser constituídas por ligantes calcínicos, não correlacionáveis com a geologia local. As argamassas de revestimento do tanque e do pavimento do templo incluem fragmentos cerâmicos – *cocciopesto* na sua composição, conforme preconizado por Vitruvius, nos livros *De Architectura*. As amostras com ligantes que se relacionam com a geologia local, provavelmente, são posteriores à ocupação romana. Do presente estudo resultaram informações relevantes sobre a evolução tecnológica da construção romana, a proveniência das matérias-primas, o contexto histórico das estruturas arqueológicas e linhas de orientação para a conservação e restauro das argamassas.

**Palavras-chave:** *Ammaia*; argamassas romanas; conservação; DRX; ATG; MEV-EDX.



## **Abstract**

The roman city of *Ammaia* (Marvão) is considered the most important evidence of the roman presence in the district of Portalegre and the only known city in the region. According to the historical and archaeological evidence, *Ammaia* has been established in the first century BC, being on its prime between the second half of the first century and the end of the second century, as an important urban centre of Lusitania. In this work, 19 masonry mortars and renders from the West Tower (South Gate), the residential area near the West Tower, the *macellum*, the *peristylum*, the public bath building, the podium of the temple and the portico of the *forum* were analyzed. The methodology of chemical, mineralogical and microstructural characterization has involved several complementary techniques, such as stereomicroscopy, X-ray diffraction, thermogravimetric analysis and differential thermal analysis, scanning electron microscopy with an energy-dispersive X-ray spectroscopy and colorimetry. The results indicate that the mortars from the beginning of the town edification were mainly composed of soil. Later, mortars began to be composed by calcitic binder, not correlated with the local geology. The renders from the tank and the temple floor include crushed ceramic - *cocciopesto*, as recommended by Vitruvius in *De Architectura* books. The samples with binders that correlate with the local geology are likely from a period posterior to the Roman occupation. From the present study resulted relevant information about the technological evolution of the roman construction in *Ammaia*, the source of raw materials, the historical context of the archaeological structures and guidelines for mortars conservation and restoration.

**Keywords:** *Ammaia*; roman mortars, conservation, XRD, TGA, SEM-EDS.



## Índice

1. Introdução.....	1
2. Metodologia.....	5
2.1. Em campo - amostragem.....	5
2.1.1. Caracterização dos parâmetros termohigrométricos durante a amostragem.....	5
2.1.2. Colorimetria.....	5
2.1.3. Determinação da actividade da água.....	5
2.2. Em laboratório.....	6
2.2.1. Observação visual e preparação das amostras.....	6
2.2.2. Determinação da proporção fracção solúvel:resíduo insolúvel, análise granulométrica e observação à lupa binocular do resíduo insolúvel.....	6
2.2.3. Difraccção de raios X.....	7
2.2.4. Análise termogravimétrica e análise térmica diferencial.....	7
2.2.5. Estereomicroscopia (lupa binocular) – superfícies polidas.....	7
2.2.6. Microscopia electrónica de varrimento com espectroscopia de raios X dispersiva de energia acoplada.....	10
3. Resultados e discussão.....	11
3.1. Amostragem.....	11
3.1.1. Caracterização dos parâmetros termohigrométricos durante a amostragem.....	11
3.1.2. Colorimetria.....	11
3.1.3. Determinação da actividade da água.....	12
3.2. Resultados laboratoriais.....	13
3.2.1. Observação das amostras à vista desarmada e por lupa binocular.....	13
3.2.2. Determinação da proporção fracção solúvel:resíduo insolúvel, análise granulométrica e observação à lupa binocular do resíduo insolúvel.....	13
3.2.3. Difraccção de raios-X.....	15
3.2.4. Análise termogravimétrica e análise térmica diferencial.....	16
3.2.5. Estereomicroscopia (lupa binocular).....	19
3.2.6. Microscopia electrónica de varrimento e com espectroscopia de raios X dispersiva de energia acoplada.....	19
3.2.7. Composição simplificada das argamassas.....	21
3.3. Apreciação geral dos resultados.....	22
4. Conclusão e trabalhos futuros.....	25
Referências bibliográficas.....	27
Anexos.....	29



## Índice de figuras

Figura 1. 1. Vista geral das diferentes estruturas arqueológicas presentes na cidade romana de Ammaia.....	2
Figura 3. 1. Projecção bi e tridimensional das coordenadas $L^*$ , $a^*$ e $b^*$ das amostras de argamassas. ....	12
Figura 3. 2. Registo da interacção entre a temperatura e a actividade da água para as amostras de argamassas. ....	12
Figura 3. 3. Registo da relação entre a fracção solúvel e o resíduo insolúvel.....	14
Figura 3. 4. Exemplos dos minerais e fragmentos cerâmicos presentes no resíduo insolúvel, observados à lupa binocular. ....	15
Figura 3. 5. Exemplos de termogramas representativos das fracções globais das argamassas, nos quais se assinalam as perdas de massa significativas correspondentes a: a) água de adsorção e calcite – exemplo: AM29, b) água de adsorção, calcite e magnesite – ex: AM33.....	18
Figura 3. 6. Aspecto geral das argamassas nas quais se evidencia a tonalidade clara/amarelada dos ligantes, a heterogeneidade dos agregados em AM23 – quartzo hialino (1) e feldspato ou quartzo leitoso (2), a presença de fragmentos cerâmicos (AM28) e de nódulos de cal (AM32). ....	19
Figura 3. 7. Fracção solúvel versus teor de massa perdida entre 200-650°C (excluindo a eventual presença de magnesite e hidromagnesite), referente à fracção global das amostras analisadas por ATG/ATD. ....	22



## Índice de tabelas

Tabela 2. 1. Registo da identificação das amostras de argamassas da Cidade Romana de Ammaia consideradas no presente estudo. ....	8
Tabela 3. 1. Registo da composição mineralógica das argamassas por DRX. ....	15
Tabela 3. 2. Registo das perdas de massa (%) das argamassas analisadas por ATG/ATD, razão $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$ e os teores de hidromagnesite, magnesite e de calcite. ....	18
Tabela 3. 3. Registo da composição simplificada das amostras de argamassas (massa %). ....	21



## 1. Introdução

Os vestígios da cidade romana de *Ammaia* localizam-se no Parque Natural da Serra de São Mamede, no vale fértil de São Salvador de Aramenha, (Marvão, Portalegre, Alto Alentejo), na margem esquerda do rio Sever, dispersando-se numa área superior a 25 hectares. A *Ammaia* é considerada o testemunho mais importante da presença romana no distrito de Portalegre e a única cidade conhecida na região. Além disso, é uma das poucas cidades romanas que não sofreu efeito da contínua reutilização do espaço em épocas posteriores, tornando-se, assim, relevante no panorama da arqueologia romana, pois são raros os sítios onde é possível a sua escavação e estudo integrais.

De acordo com evidências arqueológicas [1 - 3], é possível que os primeiros vestígios da ocupação romana da cidade da *Ammaia* datem do século I a.C.. A sua posição favorável dentro da província romana da Lusitânia, na junção de várias estradas principais e a abundância de água, contribuiu para que a *Ammaia* se tornasse numa próspera cidade. A primeira fase da monumentalização poderá relacionar-se com a aquisição do estatuto de *Civitas* pela *Ammaia*, em 44-45 A.D. (época do imperador Cláudio), ou de *Municipium*, já no período Flávio (69-79).

A cidade não terá sido definitivamente abandonada antes do século VII, mas, é possível que este processo tenha começado muito mais cedo em vários sectores urbanos (cerca do século IV-V) [2, 3]. No século IX terá sido alvo da atenção de Ibn Maruán, influente e poderoso *muladi* que se intitulou senhor de *Ammaia, a das ruínas*.

Progressivamente, desta cidade saíram muitas pedras que edificaram grande parte das povoações vizinhas - Marvão, Castelo de Vide, Portalegre, Escusa.

Até ao momento não foram detectados vestígios de ocupação posterior, com a excepção de algumas explorações agrícolas. Só no século XX se esclareceu a dúvida relativa à localização da *Ammaia*, em S. Salvador da Aramenha, e não em Portalegre. Em 1949 a cidade romana é classificada como Monumento Nacional sem que daí resultasse qualquer medida de protecção ou valorização efectiva, permanecendo esquecida por mais 45 anos.

Em 1994, a aquisição dos terrenos e a constituição da Fundação Cidade de *Ammaia* promoveram a realização de escavações arqueológicas, do levantamento topográfico, do inventário e salvaguarda deste património [3]. A estas iniciativas, associaram-se as Universidades de Évora, Universidade Técnica de Lisboa, de Ghent (Bélgica) e de Cassino (Itália), materializada no *Projecto Ammaia. Uma Acção concertada de Arqueologia, Ciências Naturais e Tecnologias Aplicadas para contextualizar uma Cidade Romana*, bem como no *Projecto Radio-Past* [4]; este último procura estabelecer uma abordagem “não destrutiva” de sítios arqueológicos complexos e avaliar as possibilidades da aplicação de técnicas de geofísica no local, as quais se revelaram de grande sucesso relativamente à localização e mapeamento de diversas estruturas enterradas na actual paisagem rural [1, 4].

As escavações arqueológicas iniciaram-se em 1994 e incidiram nos locais onde eram visíveis vestígios indicativos da presença de estruturas arqueológicas enterradas. As principais construções até agora detectadas compreendem diversos exemplos de arquitectura civil, religiosa e militar romana, entre as quais se destacam (Figura 1.1.):

- partes da muralha da cidade;
- a Porta Sul, que compreende a base de duas torres e uma praça pública monumental dividida

simetricamente pelo *decumanus maximus* (que prosseguia em direcção ao *forum*);

- vestígios de uma habitação (*macellum*, eventual *tabernae*, edifício adjacente à Torre Este);
- o *macellum* (eventual mercado) e *peristylum* (próximos da Porta Sul);
- o edifício público das termas, que inclui o *tepidarium*, uma *natatio*, uma estrutura que possivelmente poderia ter constituído uma área coberta virada para o exterior – colunata (com acesso à *natatio*), entre outras estruturas com possível função de condutas de água;
- vestígios do *forum*, que compreende o *podium* de um templo, rodeado pelas paredes de um *porticus* e *cryptoporticus*;
- sob o edifício da Quinta do Deão (actual Museu), detectaram-se ainda vestígios de várias estruturas habitacionais (área urbana interior à muralha), que poderão ter sido ocupadas até aos séculos IV-V.

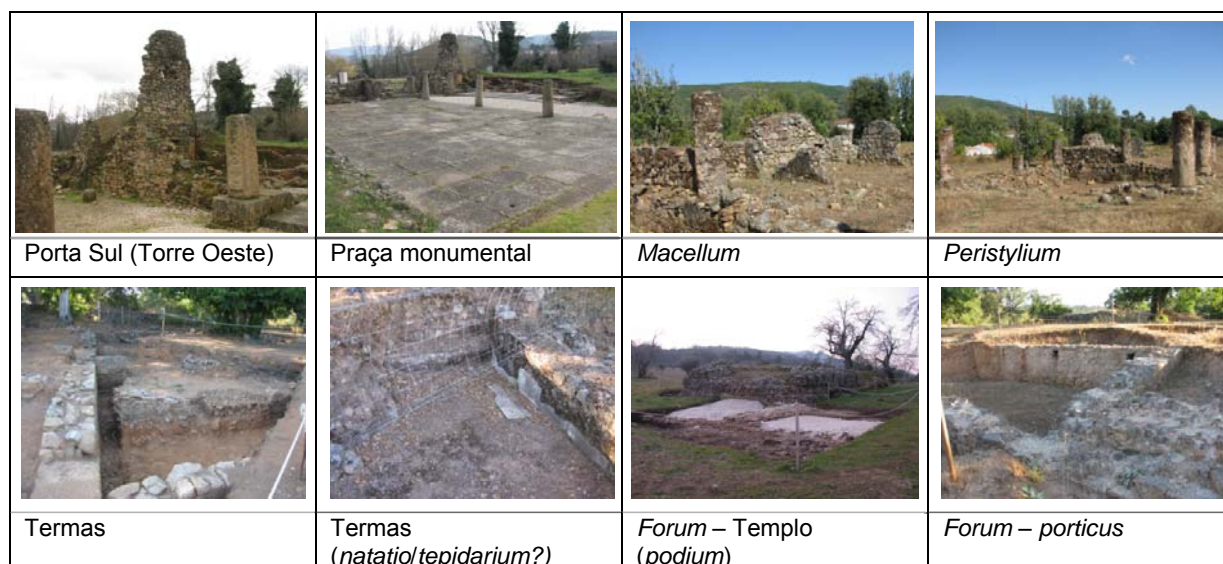


Figura 1. 1. Vista geral das diferentes estruturas arqueológicas presentes na cidade romana de Ammaia.

A generalidade dos referidos edifícios encontra-se em mau estado de conservação, salientando-se, como principais formas de alteração e degradação dos materiais construtivos, as fracturas, o desnivelamento dos blocos pétreos e as juntas não-funcionais (por se encontrarem abertas/sem material de preenchimento, ou pela desagregação das argamassas). Em muitos casos, já se verifica a ocorrência de desmoronamentos e queda dos blocos, contribuindo assim para a instabilidade estrutural das ruínas arqueológicas. Por outro lado, também a proliferação da colonização biológica/vegetação contribui para o aumento da fragilidade das estruturas, permitindo a infiltração/circulação pelo seu interior das águas pluviais. Consequentemente, decorre a lixiviação continuada dos ligantes e a alteração dos minerais constituintes das pedras/argamassas, contribuindo para a sua perda de coesão/desagregação. Para além destas, também a acção humana se revelou um factor de degradação relevante, com consequências negativas e irreversíveis, decorrentes do desaparecimento de inúmeros blocos de pedra que foram aproveitados para a construção de várias edificações circundantes [5].

Uma das tarefas previstas no anteriormente mencionado *Projecto Ammaia* consiste no estudo material das argamassas históricas, tema que, cada vez mais, tem sido alvo da atenção dos diversos profissionais envolvidos na salvaguarda do património arquitectónico, salientando-se os estudos das argamassas romanas em território nacional - Beja (Pisões), Tróia, Mértola, Conímbriga, S. Cucufate [6 - 10].

As argamassas são materiais de construção que resultam da mistura de um ou mais ligantes, agregados, água e, eventualmente, aditivos, a qual forma uma pasta capaz de endurecer em ambientes mais ou menos húmidos, podendo ser aplicados desde o assentamento dos blocos de pedra constituinte de alvenarias, até ao revestimento das mesmas. O estudo material das argamassas históricas poderá ser revelador do conhecimento e evolução das tecnologias de construção/produção artística próprios de uma sociedade, bem como, da sua relação com o meio envolvente, ou seja, da decisão sobre as diferentes matérias-primas a utilizar, a sua proporção e o modo como as preparações/composições poderiam variar de acordo com a função da argamassa na estrutura arquitectónica e a própria importância social desta última. Além disso, também fornecem informações sobre eventuais intervenções de reabilitação/restauro que as construções possam ter sofrido ao longo do tempo.

O estudo material das argamassas da *Ammaia* iniciou-se em Julho de 2010, realizado por investigadores do Laboratório HERCULES, versando sobre as argamassas de assentamento da Porta Sul e no *podium* do templo, bem como, outras recolhidas pela equipa de Arqueologia no pórtico do *forum*. Nesta primeira fase [11], na composição de algumas argamassas detectaram-se elevadas proporções de minerais argilosos (ou seja, não foi detectada a presença de calcite), para além de não ter revelado indícios da presença de dolomite e/ou magnesite, que seria esperado encontrar pois, na Carta Geológica da região, é referida a presença de calcários dolomíticos e dolomitos da Escusa [12 - 14]; por outro lado, nem todas as proporções da fracção solúvel:resíduo insolúvel eram compatíveis com outros estudos sobre argamassas romanas em Portugal [6 - 10] nem com o preconizado por Vitruvius (Livro II, capítulo V) [15].

Deste modo, foi proposta a realização de uma segunda fase de amostragem, a qual se concretizou em Fevereiro de 2011, e cujos resultados se apresentam no presente trabalho. Nesse segundo momento, procedeu-se à recolha de argamassas de assentamento em alguns locais já anteriormente estudados – Porta Sul (Torre Oeste), na área habitacional (sob o lajedo) junto à Torre Oeste, no *podium* do templo e no pórtico do *forum*, e também no *macellum* e nas termas; além destas, recolheram-se argamassas de revestimento da coluna do *peristylum*, do interior do tanque (termas) e do pavimento do templo. A metodologia utilizada na caracterização química, mineralógica e microestrutural das argamassas teve por base a que tem vindo a ser desenvolvida pelo LNEC desde 1999 [16], e aplicada em diversos casos de estudo (salientando-se os anteriormente citados [6 - 10]), a qual compreendeu o recurso a um conjunto de técnicas complementares, destacando-se a difracção de raios-X (DRX), a análise térmica (ATG/ATD), a determinação da proporção da fracção solúvel:resíduo insolúvel, a observação dos agregados à lupa binocular, a microscopia óptica e a microscopia electrónica de varrimento com espectroscopia de raios-X dispersiva de energia acoplada (MEV-EDX).

Com o objectivo de relacionar as matérias-primas das argamassas com as dos materiais disponíveis no local, ainda nesta fase do estudo foram analisadas, através do MEV-EDX, as amostras de rochas provenientes da unidade de calcários dolomíticos aflorante na Escusa, Olhos de Água e Porto da Espada [12], da cal proveniente dos fornos da Escusa e de Porto da Espada, bem como, amostras de argamassas de assentamento constituintes das estruturas de alvenaria dos fornos de cal dos Olhos de Água.

Deste modo, é esperado que a referida caracterização das argamassas de assentamento e revestimento que ainda se encontram nas estruturas arqueológicas da *Ammaia*, juntamente com as amostras provenientes dos afloramentos e fornos da cal, contribua para o aprofundamento dos conhecimentos sobre:

- A identificação dos materiais constituintes das argamassas (ligantes, agregados, aditivos), a sua proporção e proveniência das matérias-primas utilizadas na sua preparação.
- As técnicas de produção das argamassas.
- A eventual ocorrência de variações na composição das argamassas de acordo com a função que desempenham na estrutura arquitectónica e se essas diferenças também ocorrem por tipologia de edifício consoante a sua importância social.
- Apoiar a Arqueologia na definição dos diferentes períodos de construção das estruturas em estudo.
- Melhorar o conhecimento dos processos de alteração e degradação das argamassas, e também que os resultados deste estudo possam ser utilizados como apoio à decisão da equipa de conservadores-restauradores na selecção e preparação de argamassas de restauro, assegurando a compatibilidade entre estas e as pré-existentes [17].

## **2. Metodologia**

A metodologia de caracterização das argamassas compreendeu as seguintes etapas:

### **2.1. Em campo - amostragem**

De modo a preparar o trabalho de campo, efectuaram-se visitas ao local e, em conjunto com os diferentes membros da equipa multidisciplinar (arqueólogos, conservadores, geólogos, químicos), definiram-se os objectivos do estudo, os locais de amostragem, bem como os ensaios a realizar, não só em campo, como posteriormente em laboratório. Neste processo houve o cuidado de recolher amostras em quantidade/dimensão, de modo a obedecer aos requisitos de conservação das estruturas e minimização do impacto estrutural e estético do conjunto. Por outro lado, recolheu-se amostra em quantidade/dimensão suficiente para garantir a sua representatividade, o cumprimento dos objectivos da caracterização e o sucesso das análises a efectuar, bem como para a criação de reserva para eventuais estudos futuros. Procurou-se efectuar a recolha em locais no interior das estruturas, os quais se considera terem sido menos afectados por potenciais contaminações. O resumo da segunda fase da amostragem apresenta-se na tabela 2.1. A recolha das argamassas de assentamento foi realizada com recurso a escopros de diferentes dimensões e maceta; as amostras recolhidas foram colocadas em embalagens de plástico transparentes, devidamente identificadas. O processo de amostragem foi acompanhado por registo fotográfico (Nikon Coolpix).

#### **2.1.1. Caracterização dos parâmetros termohigrométricos durante a amostragem**

No momento da recolha das amostras procedeu-se à medição da temperatura e humidade relativa do ar através de um termohigrómetro *Hydrolog* da Rotronic.

#### **2.1.2. Colorimetria**

Ainda em campo, as amostras foram alvo de uma caracterização colorimétrica preliminar. A colorimetria é uma técnica de caracterização útil, na medida em que permite uma leitura rigorosa, quantitativa, dos parâmetros colorimétricos que definem a cor do substrato. Para a caracterização colorimétrica, foi utilizado um espectrofotómetro portátil *Minolta Spectrophotometer CM-508i*. O modelo colorimétrico usado neste trabalho foi o modelo CIELAB que é constituído por três parâmetros, a luminosidade  $L^*$  e duas coordenadas cromáticas,  $a^*$  (componente vermelho – verde) e  $b^*$  (componente amarelo – azul); utilizou-se o iluminante D65, que reproduz a luz de dia, e o ângulo de observação é de  $10^\circ$  numa área de medição é cerca de 8 mm.

#### **2.1.3. Determinação da actividade da água**

Durante a recolha das amostras efectuou-se a determinação da actividade da água ( $A_w$ ), com recurso ao aparelho *Hygropalm AW1* da Rotronic no dia da recolha das amostras, uma vez que a proliferação de microrganismos (algas, fungos, líquenes e cianobactérias) num dado substrato depende da actividade da água, isto é, da água livre no substrato.

## **2.2. Em laboratório**

A metodologia de caracterização química, mineralógica e microestrutural apresenta-se de uma forma esquemática no anexo I, bem como o tipo de informações que resultam da sua aplicação.

### **2.2.1. Observação visual e preparação das amostras**

Esta fase preliminar compreendeu a realização do registo fotográfico de todas as amostras (máquina fotográfica *Canon PowerShot SX100 IS*), a sua observação a olho nu e através da lupa binocular (*Leica M205C*, com aquisição de imagem pela câmara fotográfica *Leica DFC290HD*). As amostras foram secas a 35°C, durante 12 horas. Após o arrefecimento em exsiccador, procedeu-se à limpeza de cada amostra, com recurso a escovas/pincéis e bisturi para remoção de sujidades, tais como, vestígios de terras e colonização biológica.

Para a caracterização química e mineralógica, procedeu-se à desagregação de cada amostra, com recurso a martelo de borracha, apenas para separar ligeiramente os agregados do ligante (evitando a fractura destes últimos). Nesta fase registou-se qualitativamente a resistência mecânica da argamassa à acção do referido martelo. Após a desagregação, procedeu-se à separação de cada amostra em fracções, de acordo com o número/tipo de técnicas a aplicar: determinação do resíduo insolúvel e posterior análise granulométrica dos agregados (amostra desagregada), determinação das fases presentes por DRX e ATG/ATD na totalidade da argamassa (fracção global), identificação e descrição das cores das fracções fina e global (infra 125 µm para ambas as fracções), no estado seco, através da *Munsell Soil Colour Chart* (1992), com designação em inglês e português [18]; o excedente ficou em reserva.

Com vista à caracterização por MEV-EDX, seleccionaram-se pequenos fragmentos representativos de algumas das amostras (AM9B, AM23, AM28, AM29, AM32, AM33, AM34b). Estes foram impregnados/consolidados com resina epóxida (*EpoFix Resin* e *EpoFix Hardener*, Struers), conforme indicação do fabricante; a impregnação foi realizada sob vácuo, com recurso a câmara de vácuo *Epovac*, Struers (AM28, AM29, AM9B, AM32, AM33, AM34b) e à pressão e temperatura ambientes (AM23, AM34b). Após a resina endurecer, procedeu-se ao desgaste mecânico da superfície, utilizando uma pasta de carbetto de silício (SiC), com diferentes granulometrias (da mais grosseira #240 para a mais fina #400); seguindo-se o polimento, com o auxílio da polidora *RotoPol 35*, Struers, até se obter uma superfície polida para caracterização por estereomicroscopia e MEV-EDX.

### **2.2.2. Determinação da proporção fracção solúvel:resíduo insolúvel, análise granulométrica e observação à lupa binocular do resíduo insolúvel**

Na totalidade das amostras desagregadas realizaram-se ataques com ácido clorídrico 37% *pro analysis* (concentração 1:3 v/v, a quente, em triplicado) e filtração sob vácuo, de modo a obter a separação entre o resíduo insolúvel e a fracção solúvel. O resíduo insolúvel, depois de várias lavagens com água destilada, foi seco (em estufa, a 100°C). Após estabilização do peso, o resíduo insolúvel foi pesado, correspondendo ao teor em agregados não carbonatados, segundo a metodologia desenvolvida por Jedrzejewska [19]. A análise granulométrica obteve-se através da peneiração do resíduo insolúvel (massa de material retida nos peneiros ASTM E11, diâmetro 100 mm

x 40 mm, de malha quadrada com as seguintes dimensões: 4, 2, 1, 0,500, 0,250, 0,125 e 0,063 mm). Posteriormente, procedeu-se à observação das diferentes fracções do resíduo insolúvel à lupa binocular (*Leica M205C*, com aquisição de imagens com câmara fotográfica *Leica DFC290HD*), de modo a determinar a sua cor, morfologia e identificar os minerais presentes, pelo menos nas fracções mais grosseiras; a existência de fragmentos de rocha também foi registada. A fracção solúvel corresponderá ao teor em ligante carbonatado, no qual também eventualmente estarão presentes sais solúveis (a análise química da fracção solúvel realizar-se-á numa fase posterior da investigação).

### **2.2.3. Difracção de raios X**

A difracção de raios-X (DRX) permitiu determinar a natureza mineralógica dos constituintes das argamassas. Para tal, procedeu-se à moagem da fracção global, que se fez passar por um peneiro manual, de malha 125 µm. Os difractogramas foram realizados num difractómetro de raios-X, *Bruker AXS-D8 Advance* (Bruker AXS Inc, Madison, USA), utilizando radiação Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0,1540598$  nm), nas seguintes condições de ensaio: varrimento entre 3 a 75° 2 $\theta$ ; velocidade de varrimento de 0,05° 2 $\theta$ /s; tensão de aceleração de 40 kV e corrente de filamento de 30 mA.

### **2.2.4. Análise termogravimétrica e análise térmica diferencial**

As análises termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD) contribuíram para a determinação da natureza do ligante e da proporção de carbonatos constituintes do ligante; em conjunto com o resíduo insolúvel, permitiu o cálculo da fracção solúvel e, conseqüentemente, para a definição da proporção ligante:agregado:fracção solúvel. Para esta análise recorreu-se à porção da fracção global utilizada na DRX das amostras identificadas no anexo II. Salienta-se que se analisaram ainda duas amostras recolhidas na primeira fase de amostragem, AM2 e AM9, cujos resultados obtidos conduziram à repetição da recolha e comparação com AM23 e AM9B, respectivamente. Assim sendo, foi utilizado um sistema de análise térmica SETARAM TG-DTA, sob atmosfera inerte (árgon – 3 l/h), com uma velocidade de aquecimento uniforme de 10°C/min, desde a temperatura ambiente até 1000 °C. A derivada da curva de termogravimetria (DTG) permitiu um maior rigor na determinação das temperaturas de decomposição de alguns dos compostos presentes. A ATD permitiu separar as reacções endotérmicas das exotérmicas.

### **2.2.5. Estereomicroscopia (lupa binocular) – superfícies polidas**

A observação das amostras à lupa binocular permite caracterizá-las relativamente à sua cor, tipo, morfologia e dimensão dos agregados, a eventual presença de aditivos, nódulos de cal, porosidade, texturas, camadas constituintes, estado de conservação (grau de coesão, adesão, presença de fissuras, colonização biológica, entre outros). Para a observação e registo fotográfico das superfícies polidas recorreu-se à lupa binocular *Leica M205C*, com aquisição de imagens com câmara fotográfica *Leica DFC290HD*.

Tabela 2. 1. Registo da identificação das amostras de argamassas da Cidade Romana de Ammaia consideradas no presente estudo.

<b>Amostra</b>	<b>Localização (função do edifício)</b>	<b>Enquadramento histórico provável</b>	<b>Função da argamassa na estrutura / técnica de construção</b>	<b>Cor</b>	<b>Outros aspectos relevantes</b>
<b>AM23</b>	Porta Sul Parede da Torre Oeste (pública)	Islâmico ou Alta Idade Média (reconstrução ou eventual restauro?)	<i>Opus mixtum</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Pequenos nódulos brancos (cal) Aglomerados de cor castanha e dimensão considerável Compacta; resistência média.
<b>AM24</b>	Porta Sul Parede de eventual habitação sob a área lajeada (adjacente à Torre Oeste) (privada)	Romano (período inicial – final século I a.C.)	Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo forte ( <i>strong brown</i> )	Agregados em quantidade reduzida, de cor cinzenta/castanha escura; morfologia achatada e redonda Grau de coesão muito fraco
<b>AM25</b>	<i>Macellum</i> Parede exterior (pública / poderá ter sido privado em fase posterior)	Romano (Islâmico?)	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo pálido ( <i>pale brown</i> )	Nódulos brancos (cal) pontuais e desagregados dos restantes constituintes. Pouco compacta (fraca ligação entre ligante/agregados) e resistente.
<b>AM26</b>	<i>Macellum</i> Parede interior da estrutura (mesma parede da AM25) (pública / poderá ter sido privado em fase posterior)	Romano (Islâmico?)	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Nódulos brancos (cal) Muito compacta; resistência média.
<b>AM27</b>	<i>Peristylum</i> Coluna de canto do edifício (capitel do topo) (pública)	Islâmico ou Século XVII	Revestimento de alvenaria de tijolo burro	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Nódulos brancos (cal) Compacta; resistência média.
<b>AM28</b>	Termas Pano interior da parede do tanque ( <i>tepidarium</i> ou <i>natatio</i> ?) (pública)	Romano	<i>Opus signinum</i> Revestimento de <i>opus incertum</i> para assentamento de placas de mármore (decorativo)	Amarelo avermelhado ou alaranjado ( <i>reddish yellow</i> )	Fragmentos de cor avermelhada, de diferentes tonalidades e dimensão Nódulos brancos (cal) Compacta; resistência elevada.
<b>AM29</b>	Termas Pano exterior da parede do tanque ( <i>tepidarium</i> ou <i>natatio</i> ?) (pública)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares - <i>opus incertum</i>	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> ) (a argamassa mais clara)	Nódulos brancos (cal)? Compacta Resistência muito elevada. (a que apresentou maior resistência)
<b>AM30</b>	Termas Parede interior de um compartimento das termas (pública)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Nódulos brancos (cal)? Compacta; resistência média. (agregados amarelos)

<b>AM31A</b>	Termas – Pórtico Base da coluna (pública)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo pálido ( <i>pale brown</i> )	Fragmentos de cor avermelhada (residual) Compacta; resistência elevada.
<b>AM31B</b>	Termas Parede do Pórtico (pública)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Fragmentos de cor avermelhada (residual) Compacta; resistência elevada. (agregados amarelos)
<b>AM9B</b>	<i>Forum</i> – Templo Corpo estrutural / enchimento do <i>podium</i> do templo, face frontal (pública)	Romano (final século I)	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Compacta; resistência média
<b>AM32</b>	<i>Forum</i> – Templo Corpo estrutural / enchimento do <i>podium</i> do templo, face lateral (público)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Compacta; resistência média.
<b>AM33</b>	<i>Forum</i> – Templo <i>Podium</i> do templo, vestígios do piso interior da <i>cella</i> (público)	Romano	<i>Opus signinum</i> Revestimento (camada preparatória) para o assentamento de pavimento	Constituída por 2 argamassas de aspecto diferente (1): a) Pardo claro ( <i>light brown</i> ) - avermelhado b) Pardo claro ( <i>light brown</i> ) - alaranjado	Fragmentos de cor avermelhada, com diferentes tonalidades e dimensão Compacta; resistência média
<b>AM34 (2)</b>	a <i>Forum</i> – Templo <i>Podium</i> do templo, bloco de piso descontextualizado que serviu de enchimento (reaproveitamento) (público)	Romano	<i>Opus signinum</i> Revestimento (camada preparatória) para o assentamento de pavimento	Amarelo avermelhado ou alaranjado ( <i>reddish yellow</i> )	Fragmentos cerâmicos de dimensão muito grosseira e de diferente coloração (foram identificados, pelo menos, 3: laranja, vermelho claro/rosa, vermelho escuro); outros fragmentos de dimensão média e fina. Nódulos brancos pequenos (cal) Compacta; resistência média
				Pardo avermelhado claro ( <i>light reddish brown</i> )	Fragmentos cerâmicos de granulometria fina Nódulos brancos (cal) Compacta; resistência elevada.
<b>AM35</b>	<i>Forum</i> Parede do Pórtico, topo da parede lateral ( <i>criptoporticus</i> ) (público)	Romano	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Fragmentos de cor avermelhada de granulometria fina (residual) Forte componente de ligante. Compacta; resistência média; (agregados amarelos)
<b>AM36</b>	Fórum – Pórtico Parede de reforço do <i>criptoporticus</i> de topo, próximo de AM35 (público)	Romano (estrutura posterior a AM35)	<i>Opus caementicium</i> Assentamento dos blocos de pedra irregulares	Pardo muito pálido ( <i>very pale brown</i> )	Fragmentos de cor avermelhada de granulometria grosseira (residual) Compacta; Resistência média.

Nota: (1) AM33 – Apesar de identificadas duas argamassas de aspecto diferente, foram desagregadas em conjunto (possível aglomerado formado por mistura grosseira).

(2) AM34 é uma amostra constituída pela sobreposição de duas argamassas diferentes, as quais foram analisadas em separado. Os fragmentos cerâmicos de AM34a não deveriam ter sido tão desagregados.

### **2.2.6. Microscopia electrónica de varrimento com espectroscopia de raios X dispersiva de energia acoplada**

As superfícies polidas das amostras AM23, AM28, AM32 e AM34b foram recobertas com carbono e observadas num microscópio electrónico de varrimento HITACHI 3700N; a composição química foi obtida através de microanálise de raios X por dispersão de energia, num espectrómetro Bruker Xflash 510SDD. Esta técnica permite caracterizar os constituintes das argamassas (ex: tipo de ligante, eventual presença de terra, composição e morfologia dos constituintes), bem como determinar compostos que decorram das reacções pozolânicas e a sua localização, produtos de alteração/degradação, entre outros compostos minoritários que não tenham sido detectados pelas restantes técnicas. Para além das argamassas da *Ammaia*, também no MEV-EDX se analisaram amostras de rochas provenientes dos afloramentos de calcários dolomíticos da Escusa (A1), Olhos de Água (A5) e Porto da Espada (A7), bem como de cal proveniente dos fornos da Escusa (A9) e de Porto da Espada (A6) e amostras de argamassas de assentamento constituintes das estruturas de alvenaria dos fornos de cal dos Olhos de Água (A3 – parede exterior de reforço, construção mais recente, e A4 – parede interior, construção mais antiga), não só para determinar a presença de magnésio (cujos compostos não foram detectados pela DRX na primeira fase de amostragem), mas também o modo como este se liga ao cálcio (através da realização de mapas de distribuição dos elementos).

### 3. Resultados e discussão

#### 3.1. Amostragem

A descrição de cada uma das amostras quanto à sua proveniência, enquadramento histórico, função na estrutura arquitectónica, cor, caracterização dos agregados, resistência mecânica, presença de aditivos, entre outros aspectos relevantes, encontra-se na tabela 2.1. A localização das amostras recolhidas nas duas fases de amostragem está registada no anexo III. Nesta fase do estudo material, procedeu-se à recolha de amostras de argamassas de assentamento, constituintes das alvenarias estruturais da Torre Oeste - Porta Sul (AM23), da eventual área habitacional próxima desta Torre (AM24), do *macellum* (AM25 e AM26), das termas (AM29, AM30, AM31A e AM31B), do *podium* do templo (AM32) e do pórtico do *fórum* (AM35 e AM36); além destas, também foram alvo de amostragem as argamassas de revestimento da coluna do *peristylum* (AM27), do pano interior do tanque sobre o qual assentam placas de mármore (AM28) e do revestimento preparatório do pavimento do *podium* do templo (AM33, AM34a e AM34b). As amostras recolhidas enquadram-se desde o século I a.C, possivelmente do início da fundação da cidade, até o final da ocupação romana (final do século V), havendo possibilidade de algumas datarem do período islâmico/Alta Idade Média (AM23) ou corresponderem a uma possível intervenção de reabilitação realizada no século XVII (AM27). Os referidos edifícios terão tido uma função pública, com excepção da área habitacional e do *macellum* - este último, numa fase posterior à ocupação romana (islâmica?), que poderá ter sido reutilizado como espaço privado.

##### 3.1.1. Caracterização dos parâmetros termohigrométricos durante a amostragem

No intervalo entre as 10h e as 14h em que decorreu a amostragem (Fevereiro, 2011) registou-se a seguinte variação dos parâmetros termohigrométricos do ar, na estação arqueológica: T=16°C / HR=61% e T=22°C / HR=37%.

##### 3.1.2. Colorimetria

A primeira abordagem à cor das argamassas foi feita visualmente e por meio de leituras colorimétricas *in loco* durante a recolha de amostragem. Na figura 3.1., apresenta-se o resultado das primeiras leituras de carácter preliminar. Devido ao conjunto de variáveis não controláveis - tais como, as variações das condições termo-higrométricas que influem no estado hídrico das argamassas, assim como o estado de conservação, as heterogeneidade e irregularidades das superfícies medidas - não foi possível, neste momento, proceder a comparações seguras. Este ensaio serviu essencialmente para atestar as dificuldades e potencialidades deste tipo de exame ao universo em estudo. Contudo, retiram-se algumas conclusões que, no futuro, deverão ser confirmadas, tais como:

- De um modo geral, as argamassas possuem um grau de amarelo superior ao vermelho ( $b^*$ : 10 e 25 /  $a^*$ : 4 e 13), com excepção das amostras AM24 e AM 27. A tonalidade mais avermelhada de AM24 ( $a^*$ : 12.7) poderá dever-se ao seu teor em terra vermelha. Por outro lado, a AM27 destaca-se do conjunto por ser a amostra mais escura ( $L^*$ ) e com os valores baixos de  $a^*$  e  $b^*$ ; estes parâmetros estão em concordância com aspecto cinzento-escuro que visualmente apresenta.
- As diferenças de luminosidade ( $L^*$ ) poderão dever-se a possíveis variações na composição dos ligantes presentes.

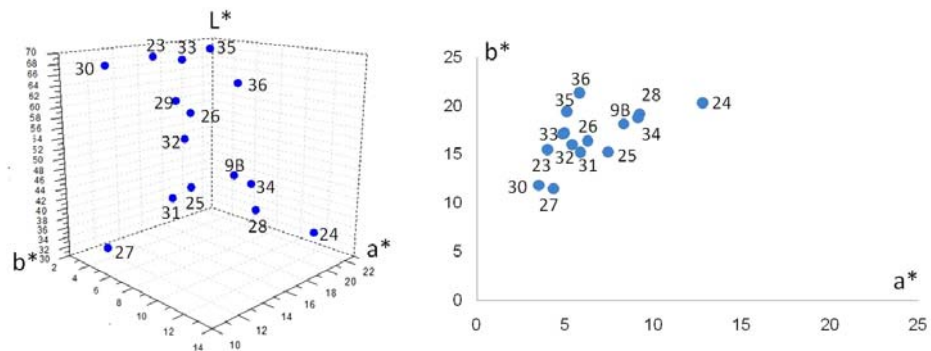


Figura 3. 1. Projecção bi e tridimensional das coordenadas L\*, a\* e b\* das amostras de argamassas.

### 3.1.3. Determinação da actividade da água

A actividade da água das amostras recolhidas varia entre 0,358 (AM28) e 1 (AM25). O crescimento de microrganismos é possível se  $0,6 > Aw < 0,998$  [20], enquadrando-se neste intervalo as amostras AM24 (0,93), AM25 (1), AM26 (0,776), AM30 (0,759), AM9B (0,83), AM32 (0,859), AM34 (0,846), AM35 (0,877), AM36 (0,857). Contudo, e considerando a interacção de Aw com a temperatura no momento da recolha, as amostras AM24, AM25 e AM35 revelam-se as mais aptas para suportar o crescimento efectivo de diversos microrganismos, tais como, algas, cianobactérias, fungos e bactérias (Figura 3.2.).

Por se tratar de amostras bastante heterogéneas ao nível da cor e textura, numa fase posterior da investigação considera-se necessário:

- Regularizar as superfícies das amostras no local destinado à amostragem;
- Aumentar o número de leituras colorimétricas e de actividade da água, na mesma área, para assegurar a sua representatividade;
- Efectuar as leituras colorimétricas nos mesmos locais em que se proceder à leitura da actividade da água, de modo a relacionar o estado hídrico da amostra com a sua cor.

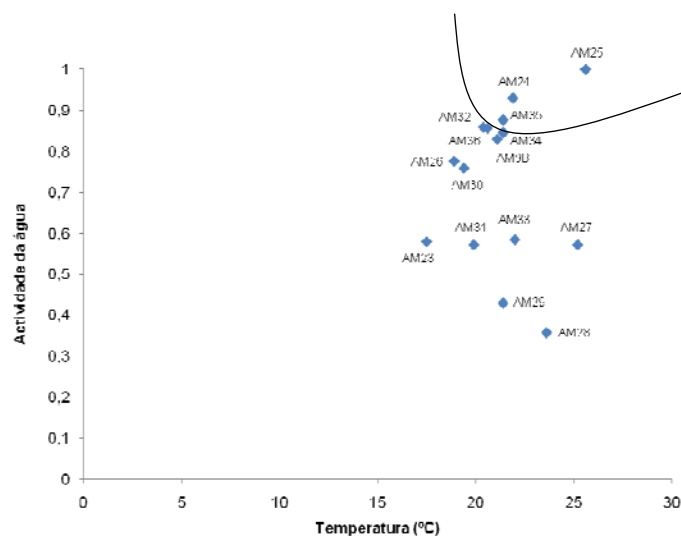


Figura 3. 2. Registo da interacção entre a temperatura e a actividade da água para as amostras de argamassas.

## **3.2. Resultados laboratoriais**

### **3.2.1. Observação das amostras à vista desarmada e por lupa binocular**

Na figura IV.1. do anexo IV encontra-se o registo fotográfico e das observações à lupa binocular das amostras. De acordo com a *Munsell Soil Color Chart*, as cores da fracção fina das amostras varia entre os tons “*very pale brown*” (pardo muito pálido) – AM23, AM26, AM27, AM29, AM30, AM31B, AM9B, AM32, AM35 e AM36, “*pale brown*” (pardo pálido) – AM25 e AM31A, e “*strong brown*” (pardo forte) – AM24. As tonalidades “*light brown*” (pardo claro) – AM33, “*light reddish brown*” (pardo avermelhado claro) – AM34b, “*reddish yellow*” (amarelo avermelhado ou alaranjado) – AM28 e AM34a, devem-se aos fragmentos cerâmicos moídos que se identificam nestas amostras, com diferentes tonalidades de laranja/vermelho e granulometrias. Conforme se apresenta na tabela IV.1. do anexo IV, constata-se o aclaramento das tonalidades da maioria das fracções globais relativamente às finas, que poderá dever-se à forte componente em agregados de cor clara, nomeadamente, quartzo hialino e leitoso que integram as fracções globais. Nas amostras AM23, AM25, AM26, AM27, AM28, AM34a e AM34b detectam-se nódulos de cal. Na generalidade, as amostras apresentavam-se bastante compactas e com resistência mecânica média à acção do martelo de borracha durante a desagregação, com excepção de AM24 que se apresentava bastante desagregada. As amostras AM28, AM29 (a mais resistente), AM31A, AM31B, AM34b revelaram resistência mecânica mais elevada do que as restantes.

### **3.2.2. Determinação da proporção fracção solúvel:resíduo insolúvel, análise granulométrica e observação à lupa binocular do resíduo insolúvel**

Na figura 3.3. apresentam-se as proporções entre a fracção solúvel (representativa do teor de ligante, sais solúveis, produtos de neoformação decorrentes das reacções pozolânicas, matéria orgânica, etc.) e o resíduo insolúvel (agregados não carbonatados) obtida para cada amostra, constatando-se que as proporções fracção solúvel:resíduo insolúvel variam entre 1:2 (ex: AM25, AM26, AM27, AM28) e 1:6 (AM24), em massa.

Na tabela V.1 do anexo V encontram-se os resultados da análise granulométrica do resíduo insolúvel retido, por fracção, de cada amostra e as respectivas curvas de distribuição (figura V.1. do anexo V), agrupadas pelos diferentes edifícios considerados nesta fase do estudo. De um modo geral, obtiveram-se curvas de distribuição unimodal, em que predominam os agregados de dimensão entre 1 a 0,5 mm. O incremento da fracção >4 mm das amostras AM38, AM34a e AM36 deve-se à presença de fragmentos cerâmicos e a agregados pétreos nas amostras AM24, AM30, AM31A e AM36. As amostras AM23, AM24, AM33, AM34b, AM35 e AM36 salientam-se pela elevada quantidade das fracções finas (<0,125 mm), o que corresponderá à presença de materiais geológicos de granulometria fina. Nas amostras AM33 e AM34b obtiveram-se resultados semelhantes, mas tal facto deve-se principalmente à presença de fragmentos cerâmicos moídos.

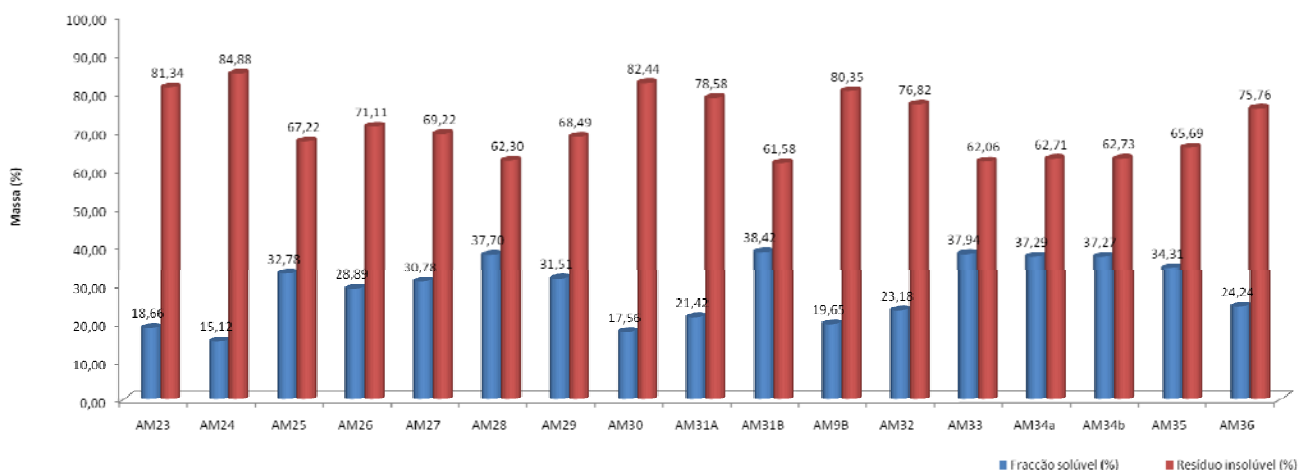


Figura 3. 3. Registo da relação entre a fracção solúvel e o resíduo insolúvel.

Decorrente do ataque com HCl, efectuou-se a caracterização morfológica e mineralógica dos resíduos insolúveis por observação à lupa binocular, cujo resultado se apresenta na tabela V.2 do anexo V.

Na generalidade das diferentes fracções granulométricas, o mineral predominante é o quartzo, sob a forma hialino (transparente) e leitoso (branco), tal como se ilustra na figura 3.4.; também se identificam as variedades fumado (cinza) e citrino (laranja). Para além deste mineral, também é constante a presença de feldspatos, micas (biotite e moscovite) e anfíbulas, fragmentos de rochas metamórficas (quartzitos, xistos e micaxistos), rochas ígneas (granitos) e sedimentares clásticas (grauvaques); com menor frequência identificaram-se litoclastos de rochas metamórficas com feldspatos, provavelmente gnaisses. Na amostra AM35 detectaram-se aglomerados de material fino do tipo argilítico e nas amostras AM23, AM27, e AM29 aglomerados de areias cuja origem não foi conclusiva (poderão ter resultado da reacção com o HCl); devido à sua pequena quantidade, não se considerou que aqueles aglomerados possam ter influência significativa na análise granulométrica.

A generalidade dos minerais observados estão relacionados com a geologia local, ou seja, são provenientes das rochas graníticas, dos quartzitos e xistos argilosos da região. Relativamente à morfologia dos agregados, predomina o formato anguloso, característico de uma proveniência próxima do afloramento rochoso (ou que terá sofrido pouco transporte), sendo menos frequente os formatos subanguloso (AM32) e rolado (AM25 e AM31A). Além destes, nas amostras AM28, AM33, AM34a e AM34b confirma-se a observação de fragmentos de cerâmica moída, em todas as fracções granulométricas (portanto, com diferentes dimensões) e diferentes tonalidades de laranja/avermelhado. Igualmente nas amostras AM31A, AM31B, AM35 e AM36 se detectou a presença daqueles fragmentos, mas apenas nas fracções de menor dimensão e em quantidade residual.

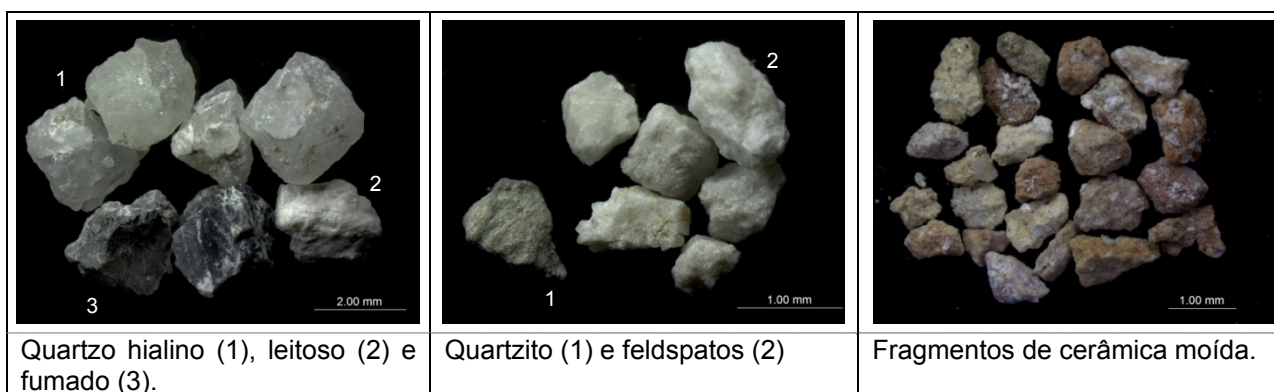


Figura 3. 4. Exemplos dos minerais e fragmentos cerâmicos presentes no resíduo insolúvel, observados à lupa binocular.

### 3.2.3. Difracção de raios-X

No anexo VI apresentam-se os difractogramas obtidos na análise da fracção global de cada amostra de argamassa e na tabela 3.1. as respectivas composições mineralógicas qualitativas.

Tabela 3. 1. Registo da composição mineralógica das argamassas por DRX.

Compostos cristalinos identificados	AM 23	AM 24	AM 25	AM 26	AM 27	AM 28	AM 29	AM 30	AM 31 <sup>a</sup>	AM 31B	AM 9B	AM 32	AM 33	AM 34a	AM 34b	AM 35	AM 36
Quartzo	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++	++++
Calcite	+		+++	++	++	+++	+++	++	+	++	+	+	+++	++	+++	+++	++
Feldspato	+++	+	+	+	++	+	++	++	+	++	++	++	++	++	++++	+++	++
Ilite/Mica (Biotite/Moscovite)	++	+++	++	+	++	+	++	++	++	+	+	+	+	+	+++	++	+
Clorite		+	+		+				+				+				
Aragonite						+			+								
Sepiolite																+	+
Caulinite	+																+
Anfíbola						+											
Cordierite														+			

Notação: ++++ (proporção muito elevada - composto predominante); +++ (proporção elevada); ++ (proporção média); + (existe em pequena proporção); vtg (vestígios); ? (dúvidas na presença); - (não detectado).

Os resultados da DRX demonstram que o mineral predominante é o quartzo, presente em todas as amostras, assim como o feldspato e a ilite/mica (moscovite/biotite), apesar de em menor quantidade.

Com excepção de AM24, também foi identificada a calcite, eventualmente magnésica, sendo mais abundante nas amostras AM25, AM28, AM29, AM30, AM33, AM34b, AM35. A presença de calcite é indicativa da composição do ligante. A detecção pontual de aragonite (AM28 e AM31A) pode dever-se à ocorrência de fenómenos de dissolução-recristalização da calcite [21]. Em pequena proporção surgem a clorite, a caulinite, a sepiolite, a anfíbola e a cordierite. A clorite, do grupo dos filossilicatos, é constituinte das rochas ígneas e metamórficas, também identificadas durante a observação dos agregados à lupa binocular e resultante da alteração da biotite, um dos minerais predominantes dos granitos da região [22].

A caulinite -  $\text{Al}_2(\text{SiO}_5)(\text{OH})_4$  - é um mineral argiloso cuja presença poderá decorrer das reacções de hidrólise dos silicatos, nomeadamente dos feldspatos, cuja presença se detecta nas amostras AM23 e AM36, respectivamente [22]. A sepiolite -  $\text{Mg}_4\text{Si}_6\text{O}_{15}(\text{OH})_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  - é também um mineral argiloso, cuja presença poderá relacionar-se com os aglomerados de material fino do tipo argilítico detectados em AM35 observados à lupa binocular. A anfíbola é um mineral que ocorre nas rochas ígneas e metamórficas, também identificadas em AM28 durante a observação dos agregados à lupa binocular. A cordierite -  $(\text{Mg},\text{Fe})_2\text{Al}_3(\text{Si}_5\text{AlO}_{18})$  - é um silicato que surge associado ao feldspato potássico, moscovite, biotite, em regiões graníticas e de xistos, o que se relaciona com as características da geologia local.

De um modo geral, os resultados obtidos pela DRX relativamente à abundância de calcite, são correlacionáveis com as proporções fracção solúvel:resíduo insolúvel obtidas através do ataque com HCl. Por outro lado, a observação dos agregados à lupa binocular associada à DRX permitiu verificar que a sua composição mineralógica se relaciona com geologia local [22].

À semelhança do constatado na primeira fase de amostragem, novamente não foi identificada pela DRX a presença de hidromagnesite ( $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), magnesite ( $\text{MgCO}_3$ ) ou dolomite ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) em qualquer uma das amostras, compostos que se esperavam ser indicativos da utilização das rochas locais no fabrico da cal.

#### **3.2.4. Análise termogravimétrica e análise térmica diferencial**

Para além das amostras contempladas nesta fase do estudo, também foram submetidas à ATG/ATD as amostras AM2 e AM9 da primeira fase, por terem suscitado a repetição da amostragem e comparação com AM23 e AM9B, respectivamente. Na figura 3.5. apresentam-se termogramas representativos das amostras que foram alvo de ATG/ATD, enquanto na tabela 3.2., para cada amostra, registam-se os intervalos de temperaturas em que ocorreram perdas de massa significativas, a razão  $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$  e os teores de hidromagnesite, magnesite e de calcite.

A partir da análise da derivada da ATG e da ATD foi possível determinar os intervalos de temperaturas  $<200^\circ\text{C}$ ,  $200-650^\circ\text{C}$  e  $>650^\circ\text{C}$ , como aqueles em que ocorreram perdas de massa significativas.

A perda de massa que ocorre  $>650^\circ\text{C}$  corresponde à descarbonatação dos  $\text{CaCO}_3$ , de acordo com a equação:  $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2 \uparrow$  [21, 23 - 26], e varia entre 1,85% (AM9) e 12,51% (AM35) (tabela 3.2.), os quais, em teor de  $\text{CaCO}_3$ , correspondem a 4,21% e 28,45%, respectivamente (tabela 3.2.<sup>(d)</sup>); estes resultados corroboram os obtidos na proporção fracção solúvel:resíduo insolúvel, em que AM9 é mais rica em resíduo insolúvel e AM35 apresenta um enriquecimento da fracção solúvel, como se constata na figura 3.3.

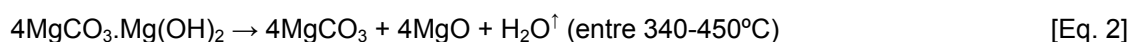
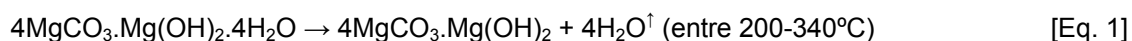
As perdas de massa que ocorrem a baixas temperaturas ( $<120^\circ\text{C}$ ), e que variam entre 0,34% (AM23) e 5,04% (AM28), devem-se à desidratação de água de adsorção ou higroscópica [21, 23 - 26], enquanto no intervalo  $120^\circ - 200^\circ\text{C}$  poderão ocorrer perdas de água de cristalização de eventuais sais hidratados que estejam presentes nas amostras [26] e a desidratação dos silicatos constituintes dos agregados [27]. Nestes intervalos salientam-se as perdas significativas de massa em AM28, AM33, AM34a e AM34b, que incluem fragmentos cerâmicos na sua composição; estes, por serem mais porosos poderão favorecer a retenção/presença de água de hidratação.

Entre  $200-650^\circ\text{C}$  detectaram-se as diferenças mais significativas entre os termogramas. Neste intervalo de temperaturas as perdas variam entre 1,45% (AM30) e 5,53% (AM2), podendo ocorrer perdas de água

de ligação estrutural (desidroxilação), indicativas da presença de compostos hidráulicos (p.e. silicatos de cálcio hidratados, silicatos de alumínio hidratados) [21, 26], o que poderá justificar os valores elevados de AM28 (3,56%), AM33 (3,66%), AM34a (4,10%), AM34b (3,80%), que incluem fragmentos cerâmicos na sua composição. Além destes, também naquele intervalo poderá ocorrer a desidroxilação de minerais argilosos [23], cuja presença foi identificada pela DRX, nomeadamente, caulinite em AM2 (5,53%), AM23 (5,06%) e AM36 (3,07%), a caulinite e a sepiolite em AM35 (2,25%) e clorite em AM27 (4,72%).

Com excepção de AM29 e AM30, identificaram-se perdas de massa significativas entre 450-550°C, que variaram de 0,47% (AM9) e 2,20% (AM2). Em diversos estudos sobre argamassas históricas, a este intervalo é atribuída a descarbonatação da magnesite, de acordo com a equação:  $MgCO_3 \rightarrow MgO + CO_2^\uparrow$  [26 - 29], cujos baixos teores de  $MgCO_3$  (máximo 4,21%) são compatíveis com um carbonato de natureza essencialmente calcítica (tabela 3.2.<sup>(c)</sup>), os quais dificilmente seriam detectados pela DRX. Por sua vez, a referida composição, tanto pelos elevados teores de calcite e reduzidos de magnesite, não se revela compatível com os calcários dolomíticos da Escusa, expressos na Carta Geológica da região. Além disso, os resultados obtidos na ATG/ATD vêm corroborar os da DRX quanto à não identificação de dolomite (520 – 600°C). Deste modo, também na composição das argamassas, se afasta a possibilidade de estarem presentes agregados carbonatados provenientes da geologia local.

Em AM23 e AM27 detectou-se uma perda de massa entre os 300-400°C que poderá estar associada à decomposição da hidromagnesite [Eq. 1] e da brucite [Eq. 2], de acordo com as seguintes equações [27, 30]:



A razão entre o teor de massa perdida atribuído ao  $CO_2$  (>650°C) e o teor de massa perdida atribuído à água hidráulica (200-650°C), poderá expressar a natureza hidráulica da fracção global (tabela 3.2.<sup>(a)</sup>) [25]. As amostras com elevadas quantidades de água ligada a compostos hidráulicos e, proporcionalmente, quantidades reduzidas de  $CO_2$  são consideradas hidráulicas [26], tal como se verifica em AM28 (2,82), AM33 (3,89), AM34a (2,42) e AM34b (3,14), que incluem na sua composição os já referidos aditivos cerâmicos; deste conjunto salienta-se AM34a, a que terá um grau de hidraulicidade mais elevado, e corresponde à amostra com fragmentos cerâmicos de granulometria superior.

Quanto às restantes amostras em que a razão  $CO_2/H_2O$  apresenta valores reduzidos, poderão incluir na sua composição outros compostos que igualmente lhe conferem propriedades hidráulicas, tais como, minerais argilosos (adicionados à rocha carbonatada no momento da calcinação); os valores de AM9 e AM9B poderão também dever-se à reduzida quantidade de ligante (teor em carbonatos). Pelo contrário, AM29 e AM30 apresentam uma razão  $CO_2/H_2O$  mais elevada, que corresponderá às amostras com menor hidraulicidade, o que se relaciona com o perfil da DTG indicativo de uma composição rica em calcite. AM35 apresenta a razão  $CO_2/H_2O$  mais elevada tratando-se da amostra com maior teor em calcite, apesar de na DRX ter sido detectada a presença de minerais argilosos.

Na curva da ATD detectou-se um pico endotérmico a 573°C, sem perda de massa associada na ATG, que poderá corresponder à transição de fase de  $\alpha \rightarrow \beta$  do quartzo [23, 31 - 33].

As semelhanças entre os termogramas de AM29 e AM30 são notórias, o que se poderá relacionar com o facto de provirem do mesmo complexo arquitectónico - as termas, mas de estruturas diferentes (alvenarias do tanque e de parede interior de um compartimento das termas, respectivamente),

avanzando-se com a possibilidade de serem contemporâneas, ou seja, enquadrarem-se na mesma fase de construção; situação semelhante se detecta em AM9 e AM9B, provenientes da face frontal do enchimento do *podium* do templo.

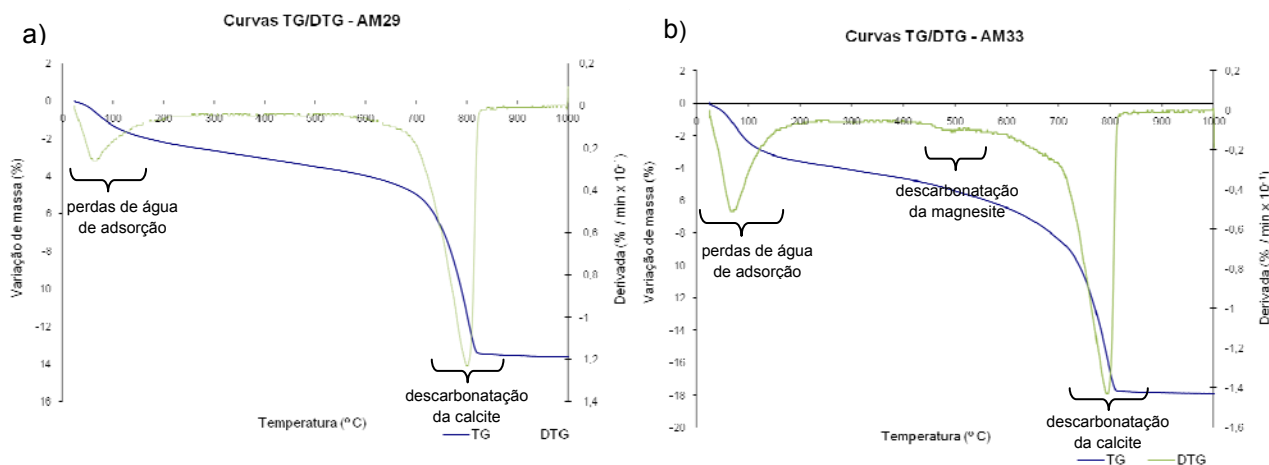


Figura 3. 5. Exemplos de termogramas representativos das fracções globais das argamassas, nos quais se assinalam as perdas de massa significativas correspondentes a: a) água de adsorção e calcite – exemplo: AM29, b) água de adsorção, calcite e magnesite – ex: AM33.

Tabela 3. 2. Registo das perdas de massa (%) das argamassas analisadas por ATG/ATD, razão  $CO_2/H_2O$  e os teores de hidromagnesite, magnesite e de calcite.

Amostras	Intervalos de temperatura (°C) e perdas de massa (%)							$CO_2/H_2O$ (a)	Teor HidroMg (b)	Teor MgCO <sub>3</sub> (c)	Teor CaCO <sub>3</sub> (d)
	< 120	120 - 200	200 - 650			> 650	24 - 1000				
			200 - 450	450 - 550	550 - 650						
AM2	1,13	0,73	1,91	2,20	1,42	7,77	15,16	2,33		4,21	17,67
AM23	0,34	0,56	0,94	2,08	1,21	4,12	10,08				
			300→400 0,83					1,92	4,31	3,98	9,37
AM26	0,74	0,27	0,88	0,62	0,92	7,36	10,79	4,09		1,19	16,74
AM27			1,38								
	0,66	0,65	300→400 1,07	1,18	1,09	7,35	13,38	2,98	5,55	2,26	16,72
AM28	5,04	1,82	2,05	0,74	0,77	7,94	18,36	2,82		1,42	18,06
AM29	1,57	0,63	2,17			9,26	13,63	4,27			21,06
AM30	0,71	0,25	1,45			7,28	9,69	5,02			16,56
AM9	1,06	0,39	0,72	0,47	0,57	1,85	5,06	1,43		0,90	4,21
AM9B	1,36	0,50	0,87	0,59	0,83	5,05	9,20	2,97		1,13	11,48
AM32	1,34	0,55	1,18	0,71	0,79	5,92	10,49	3,01		1,36	13,46
AM33	2,86	0,74	1,38	0,93	1,35	10,61	17,87	3,89		1,78	24,13
AM34a	3,72	1,49	2,30	0,87	0,93	7,81	17,12	2,42		1,67	17,76
AM34b	1,55	1,33	2,26	0,71	0,83	9,71	16,39	3,14		1,36	22,08
AM35	0,81	0,35	0,76	0,69	0,80	12,51	15,92	8,02		1,32	28,45
AM36	1,66	0,62	1,12	0,95	1,00	7,03	12,38	3,32		1,82	15,99

Em que: <sup>(a)</sup> (% de massa perdida > 650°C)/(% de massa perdida 200 - 650°C - excluindo as perdas de massa relativas à magnesite e hidromagnesite quando aplicável); <sup>(b)</sup> Teor em hidromagnesite obtido por ATG; <sup>(c)</sup> Teor em magnesite obtido por ATG; <sup>(d)</sup> Teor em calcite obtido por ATG.

### 3.2.5. Estereomicroscopia (lupa binocular)

As superfícies polidas que foram preparadas para MEV-EDX também foram observadas à lupa binocular, constatando-se que as argamassas são heterogêneas, constituídas por ligantes de cor clara e agregados diversos relativamente à sua cor, dimensão e morfologia angulosa. Também se identificaram nódulos de cal, compactos e de formato arredondado e dimensão variável (ex: AM23 e AM34). Para além destes, também se detectam fragmentos de cerâmica moída, de diferentes tonalidades de laranja/vermelho e dimensões, incluindo agregados na sua constituição (ex: AM28 e AM34). Nestes casos, foi possível detectar uma alteração na coloração na zona fronteira destes fragmentos com o ligante (assinalada com a linha amarela na figura 3.6. b), que poderá decorrer de reacções de produção de fases hidráulicas [25]. Na generalidade das amostras observadas constatou-se que os diferentes constituintes se encontram embebidos na matriz de ligante, apresentando boa coesão entre si. Apesar de se tratar de materiais compactos, observaram-se poros de pequenas dimensões.

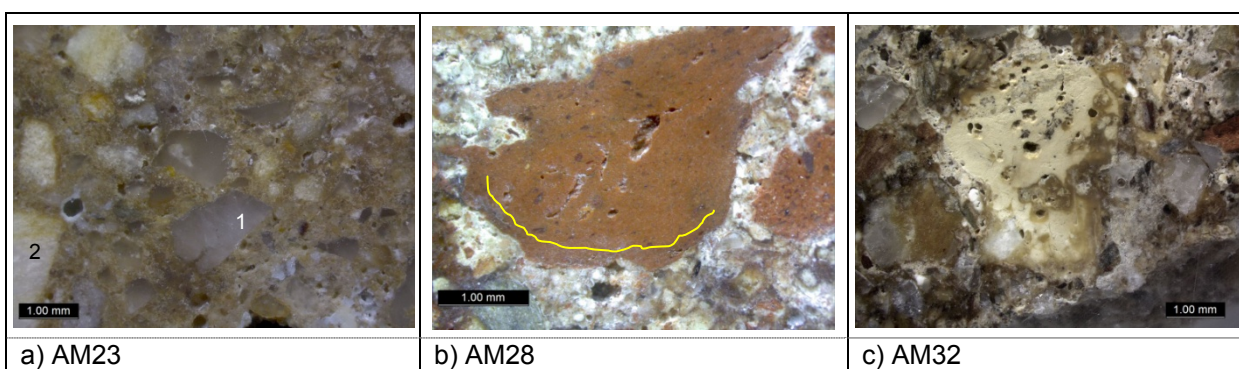
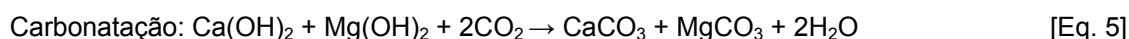
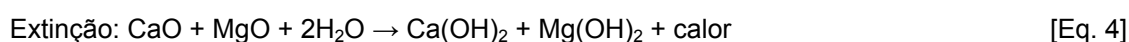


Figura 3. 6. Aspecto geral das argamassas nas quais se evidencia a tonalidade clara/amarelada dos ligantes, a heterogeneidade dos agregados em AM23 – quartzo hialino (1) e feldspato ou quartzo leitoso (2), a presença de fragmentos cerâmicos (AM28) e de nódulos de cal (AM32).

### 3.2.6. Microscopia electrónica de varrimento e com espectroscopia de raios X dispersiva de energia acoplada

No sentido de estudar a proveniência das matérias-primas utilizadas no fabrico da cal, também foram alvo de análise através do MEV-EDX fragmentos das amostras dos calcários dolomíticos da Escusa, Olhos de Água e Porto da Espada (respectivamente A1, A5 e A7), nas quais o cálcio surge coincidente e em quantidade próxima do magnésio (p.ex.: Ca/Mg = 1,44 – em partes atómicas) (anexo VII - figura VII.1.); detectam-se o alumínio e o silício em quantidade residual. Nas amostras de cal recolhidas dos fornos de Porto da Espada e Escusa (respectivamente, A6 e A9), o cálcio e o magnésio surgem separados (anexo VII - figura VII.2.), indicando a presença de calcite (ex: Ca/Mg = 12,25) e magnesite (ex: Ca/Mg = 0,009), compostos que se formam no decurso do processo de carbonatação de uma cal produzida a partir de um calcário dolomítico ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ), de acordo com as seguintes reacções químicas:



À semelhança destas amostras de cal, também nas argamassas de assentamento das alvenarias dos fornos de cal dos Olhos de Água (A3 e A4), o cálcio e o magnésio surgem separados, e em quantidades

proporcionais e correlacionáveis com a composição de um calcário dolomítico (anexo VII - figura VII.3.). Relativamente às argamassas da *Ammaia*, no MEV-EDX analisaram-se as superfícies polidas de AM23, AM32, AM28 e AM34b, estas duas últimas com fragmentos cerâmicos moídos. A generalidade das amostras apresenta uma microestrutura compacta, distinguindo-se as diferentes fases constituintes (ligante, nódulos de cal, agregados, fragmentos cerâmicos moídos), com boa ligação entre si.

Em AM23, amostra de argamassa de assentamento da Torre Oeste possivelmente de época posterior à ocupação romana (tabela 2.1.), denotou-se uma argamassa rica em agregados, maioritariamente de granulometria fina, resultados relacionáveis com a proporção 1:4 (fracção solúvel:resíduo insolúvel) e a curva de distribuição granulométrica. Na matriz de ligante, o cálcio surge em proporção com o magnésio, em quantidades correlacionáveis com a composição de um calcário dolomítico – Ca/Mg= 1,15 (anexo VII - figura VII.4. c); por outro lado, também se identificam algumas áreas em que predomina a quantidade de cálcio sobre a de magnésio e vice-versa, facto que poderá relacionar-se com a presença de calcite e magnesite, tal como se descreveu anteriormente para as amostras A6 e A9 (cal dos fornos). O cálcio e o magnésio encontram-se em oposição ao silício, principal constituinte dos agregados de quartzo, conforme se constata na figura VII.4. a) do anexo VII. Em algumas áreas detecta-se a associação preferencial do alumínio com o silício, podendo tratar-se de caulinite, identificada na DRX. Os nódulos de cal, considerados como o indicador mais aproximado da cal utilizada no momento da preparação das argamassas, são constituídos por magnésio e cálcio numa proporção aproximada à composição de um calcário dolomítico – Ca/Mg= 1,28.

Em AM32, de forma dispersa, detecta-se a associação do magnésio, do alumínio e do silício, (Al: 16,51%, Mg: 34,62% e Si: 36,85%), formando silicatos de alumínio e magnésio (anexo VII - figura VII.5.). O cálcio encontra-se preferencialmente em volta dos agregados e a preencher vazios (sob a forma de veios), deduzindo-se que a sua formação seja tardia (anexo VII - figura VII.6. a)). Ao contrário de AM23, na amostra AM32, a quantidade de cálcio é mais elevada do que a de magnésio, tanto naqueles veios de calcite (Ca/Mg= 26,3) como nos nódulos de cal (Ca/Mg= 3,11) numa composição que já não é compatível com a de um calcário dolomítico da região (anexo VII - figuras VII.6. e VII.7.).

Na matriz de ligante das amostras AM28 e AM34b, o magnésio encontra-se dissociado do cálcio e em proporção com o alumínio e o silício, formando os já referidos silicatos de alumínio e magnésio (anexo VII - figura VII.8. a)). Também as áreas adjacentes aos fragmentos cerâmicos encontram-se enriquecidas nestes compostos, enquanto o cálcio preenche os vazios (anexo VII - figura VII.8. b) c)). À semelhança de AM32, nos nódulos de cal daquelas amostras, a quantidade de cálcio predomina sobre a de magnésio (AM28 – Ca/Mg= 5,34; AM34b – Ca/Mg= 8,39).

No que diz respeito aos agregados, na generalidade das amostras analisadas, os resultados obtidos no MEV-EDX corroboram os da DRX e observação à lupa binocular, na medida em que se identificam partículas com forte predominância de silício - quartzo, outras compostas por silício, alumínio e potássio (feldspatos potássicos) ou sódio (albite – feldspato sódico); da associação do silício, alumínio, potássio e ferro identificam-se micas/moscovite. Tal como se havia constatado nos ensaios anteriores, confirma-se a estrutura angulosa dos agregados (anexo VII - figuras VII.4. a) e VII.9.).

Nas amostras AM28 e AM34 identificaram-se fragmentos cerâmicos, constituídos por alumínio, magnésio, ferro e, em partículas bem definidas, potássio, sódio, cálcio (em pouca quantidade), silício e titânio (residual).

### 3.2.7. Composição simplificada das argamassas

A composição simplificada das argamassas submetidas a ATG/ATD foi estimada de acordo com o método de Jedrzejewska [19], o qual permite a sua subdivisão em três fracções: a correspondente aos agregados (resíduo insolúvel do ataque ácido), aos carbonatos (ligante) e à fracção solúvel (compostos solúveis sem formação de CO<sub>2</sub>) (tabela 3.3.). Além destes, também se apresentam os teores em ligante calculados em termos de hidróxidos, que possibilita a reconstituição da proporção ligante:agregado (aproximação ao traço das argamassas, em massa).

Tabela 3. 3. Registo da composição simplificada das amostras de argamassas (massa %).

Amostra	Agregados <sup>(a)</sup>		Carbonatos		Fracção Solúvel <sup>(d)</sup>	Teor em hidróxidos		Componentes	
	Siliciosos (Si)	Si + fragmentos cerâmicos	Mg <sup>(b)</sup>	Ca <sup>(c)</sup>		Mg(OH) <sub>2</sub> <sup>(e)</sup>	Ca(OH) <sub>2</sub> <sup>(f)</sup>	Agregado	Ligante
AM2	66,26		4,21	17,67	11,85	2,92	13,08	4	1
AM23	81,34		3,98	9,37	5,30	2,76	6,94	8	1
AM26	71,11		1,19	16,74	10,96	0,82	12,39	5	1
AM27	69,22		2,26	16,72	11,81	1,56	12,37	5	1
AM28		62,30	1,42	18,06	18,23	0,98	13,37	4	1
AM29	68,49			21,06	10,45		15,59	4	1
AM30	82,44			16,56	1,00		12,26	7	1
AM9	88,89		0,90	4,21	6,00	0,62	3,11	24	1
AM9B	80,35		1,13	11,48	7,04	0,78	8,50	9	1
AM32	76,82		1,36	13,46	8,35	0,94	9,97	7	1
AM33		62,06	1,78	24,13	12,03	1,23	17,86	3	1
AM34a		62,71	1,67	17,76	17,86	1,15	13,15	4	1
AM34b		62,73	1,36	22,08	13,83	0,94	16,35	4	1
AM35	65,69		1,32	28,45	4,54	0,91	21,06	3	1
AM36	75,76		1,82	15,99	6,43	1,26	11,84	6	1

Em que: <sup>(a)</sup> Resíduo insolúvel obtido após ataque com HCl (1:3) a quente; <sup>(b)</sup> Teor em MgCO<sub>3</sub> obtido por ATG; <sup>(c)</sup> Teor em CaCO<sub>3</sub> obtido por ATG; <sup>(d)</sup> Fracção solúvel = 100 - (Resíduo insolúvel + carbonatos de cálcio + carbonatos de magnésio); <sup>(e)</sup> %Mg(OH)<sub>2</sub> = (%MgCO<sub>3</sub> x Massa Molar Mg(OH)<sub>2</sub>)/Massa Molar MgCO<sub>3</sub>; <sup>(f)</sup> %Ca(OH)<sub>2</sub> = (%CaCO<sub>3</sub> x Massa Molar Ca(OH)<sub>2</sub>)/Massa Molar CaCO<sub>3</sub>.

A fracção correspondente aos agregados (siliciosos e fragmentos cerâmicos) varia entre 62,06% (AM33) e 88,89% (AM9). A maioria das amostras analisada apresenta valores semelhantes aos obtidos em outros estudos de argamassas históricas [10, 21, 29], com excepção de AM23, AM30, AM9, AM9B, que possuem um enriquecimento significativo em agregado.

A diferença entre a totalidade da massa e o resíduo insolúvel obtido pelo ataque ácido somado ao teor de carbonatos (cálcio e magnésio), constitui a fracção solúvel, que varia entre 1,00 (AM30) e 18,23 (AM 28). Os valores mais elevados da fracção solúvel, que possivelmente se devem à presença de compostos hidráulicos, correspondem às amostras nas quais se identificaram fragmentos cerâmicos moídos, cuja presença desencadeia a ocorrência de reacções pozolánicas – AM28, AM33, AM34a e AM34b [21]. Dado que o teor de massa perdida entre 200-650°C (retirando o contributo da magnesite e hidromagnesite, quando aplicável) e a fracção solúvel (calculada de acordo com o método de Jedrzejewska [19]), são grandezas que procuram expressar a natureza hidráulica da fracção global das argamassas, representou-se uma em função da outra, constatando-se uma correlação linear aceitável (figura 3.7.). Ou

seja, na generalidade das amostras, as perdas de águas detectadas pela análise térmica naquele intervalo corresponderão, na sua maioria, ao que constitui a fracção solúvel obtida pelo método de Jedrzejewska [19].

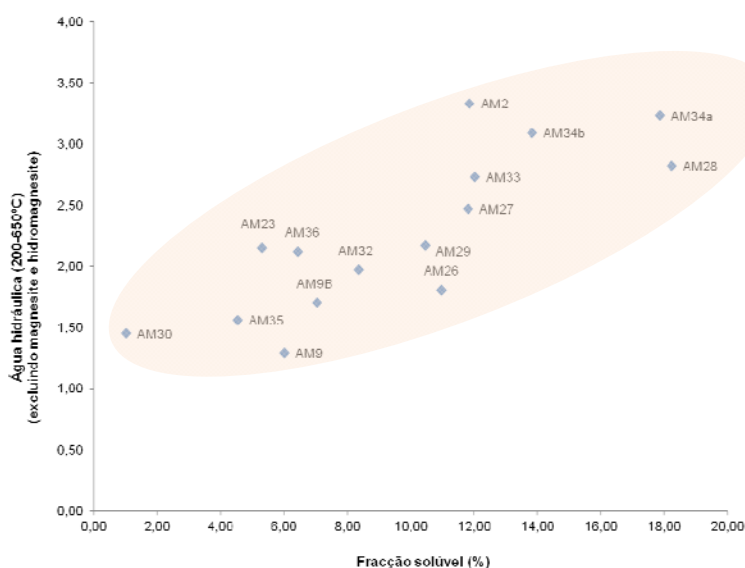


Figura 3. 7. Fracção solúvel versus teor de massa perdida entre 200-650°C (excluindo a eventual presença de magnesite e hidromagnesite), referente à fracção global das amostras analisadas por ATG/ATD.

### 3.3. Apreciação geral dos resultados

Da cidade romana de *Ammaia* procedeu-se à caracterização química, mineralógica e microestrutural de amostras de argamassas de assentamento provenientes da Torre Oeste (Porta Sul), eventual área habitacional próxima desta Torre, termas, *podium* do templo e pórtico do fórum, bem como argamassas de revestimento da coluna do *peristylium*, do interior do tanque das termas e da camada preparatória do pavimento do templo. Independentemente da sua localização e função na estrutura arquitectónica, a metodologia de caracterização das argamassas permitiu identificar, de acordo com a sua composição, os seguintes grupos:

1. Argamassas constituídas por terra (ou seja, poderão incluir quantidades residuais de calcite), sem aditivos: AM24.
2. Argamassas cujo ligante é maioritariamente calcite, não tendo sido identificados carbonatos de magnésio, aditivos (fragmentos cerâmicos) nem nódulos de cal – composição não correlacionável com a geologia local: AM29 e AM30.
3. Argamassas cujo ligante é maioritariamente a calcite, nas quais se identificam carbonatos de magnésio (magnesite e hidromagnesite) em quantidade superior às restantes (> 2%), e não são visíveis aditivos – composição correlacionável com a geologia local: AM23 e AM27.
4. Argamassas cujo ligante é maioritariamente a calcite, nas quais se identificam carbonatos de magnésio em quantidade reduzida (< 2%) e não são visíveis aditivos - composição não correlacionável com a geologia local: AM26 e AM32.
5. Argamassas cujo ligante é maioritariamente a calcite, identificam-se carbonatos de magnésio em quantidade reduzida e aditivos (fragmentos cerâmicos) - composição não correlacionável com a

geologia local: AM28, AM33, AM34a, AM34b. Neste grupo poderá ainda incluir-se a AM31A, AM31B, AM35 e AM36, nas quais se identificam aditivos em quantidade residual.

Tendo por base não só as observações visuais e por microscopia óptica, mas também os resultados da DRX, a amostra AM24 distingue-se das restantes, pela sua coloração castanha escura, constituída por terra (sem adição significativa de calcite na composição do ligante), e pela fraca coesão dos seus constituintes; esta amostra provém de estruturas arqueológicas datadas do período inicial da fundação da cidade (século I a.C., época de Augusto) e, corroborando os pressupostos da equipa de Arqueologia, possivelmente será um exemplo das primeiras argamassas utilizadas no princípio da ocupação romana.

Os ligantes das argamassas dos restantes grupos são constituídos principalmente por calcite, salientando-se as do grupo 2 – AM29 e AM30 (ambas das termas), nas quais, segundo a DRX e a ATG/ATD, não foram identificados carbonatos de magnésio. Ou seja, trata-se de amostras recolhidas em estruturas cuja detecção/início de escavação data de 1996, que se enquadram no período romano e que a composição dos ligantes não é correlacionável com a dos calcários dolomíticos da Escusa, afloramento que inicialmente se considerou a fonte da cal utilizada na edificação da *Ammaia*.

Através da ATG/ATD, nas amostras do grupo 3 (AM23 – Torre Oeste e AM27 - *peristylum*) identificaram-se perdas de massa nos intervalos de temperaturas 300-400°C e 450-550°C, os quais, de acordo com a bibliografia [23, 27, 29, 30], são atribuídos à decomposição da hidromagnesite e magnesite, respectivamente, com teores superiores às restantes amostras (hidromagnesite: AM23 – 4,31% e AM27 – 5,55%; magnesite: AM23 – 3,98% e AM27 – 2,26%). Para AM23 foram ainda analisados por MEV-EDX os nódulos de cal, considerados como o indicador mais aproximado cal utilizada na preparação das argamassas, obtendo-se uma proporção de Ca/Mg correlacionável com a composição de um calcário dolomítico. Nestas amostras, a não detecção de carbonatos de magnésio pela DRX, possivelmente, pode dever-se à reduzida quantidade de ligante presente nas mesmas. Deste modo, e corroborando os pressupostos da equipa de Arqueologia, considera-se que AM23 e AM27 provavelmente não se enquadram no período romano e a cal utilizada como ligante poderá provir dos afloramentos locais. No entanto, esta hipótese requer uma nova abordagem à realização da amostragem e da metodologia de caracterização das argamassas, p.ex: com a realização da análise da fracção fina por DRX.

Quanto às amostras do grupo 4 (AM26 – *macellum* e AM32 – *podium* do templo), os teores de carbonatos de magnésio determinados por ATG/ATD são reduzidos. Na análise de AM32 pelo MEV-EDX prevalece a quantidade de cálcio sobre a de magnésio sugerindo-se, assim, que a composição dos ligantes seja mais próxima de um calcário calcítico do que dos dolomíticos da região. Ainda no que diz respeito à análise dos ligantes identificou-se uma situação semelhante à anteriormente descrita nas amostras do grupo 5, que provêm do revestimento do pano interior do tanque das termas (AM28) e do revestimento preparatório do pavimento do *podium* do templo (AM33, AM34a e AM34b), ambos edifícios atribuídos ao período de ocupação romana.

Assim sendo, constata-se variações na composição dos ligantes das argamassas, com implicações na determinação da proveniência dos calcários utilizados na preparação da cal, que poderão ser locais (AM23 e AM27) ou provirem de outra região. Se esta última hipótese se confirmar, admite-se que as matérias-primas eram cuidadosamente seleccionadas e os construtores romanos não reconheciam a qualidade necessária aos materiais locais. Além disso, poderiam existir locais preferenciais para a exploração das rochas destinadas à calcinação dos calcários e, conseqüentemente, percursos/rotas

estabelecidas para a sua comercialização. Por outro lado, constata-se que aquela variação composicional poderá estar relacionada com diferentes contextos históricos: a composição dos ligantes das argamassas que se enquadram no período romano não se correlaciona com a dos calcários da região, enquanto os ligantes das argamassas contextualizadas numa fase posterior à romana já poderão ter uma proveniência local.

Neste estudo salienta-se ainda a associação preferencial entre o magnésio, o alumínio e o silício, dispersa pela matriz de ligante e detectada por MEV-EDX, tanto nas amostras em que são visíveis fragmentos cerâmicos (ex: AM28, AM34b) como naquelas em que estes não foram identificados (ex: AM32); salienta-se que aqueles silicatos de magnésio e alumínio não foram detectados pela DRX, possivelmente por serem amorfos. A origem destes compostos não foi conclusiva nesta fase do estudo, no entanto, considera-se que possa estar relacionada com:

- Produtos de neoformação, provavelmente de características hidráulicas, decorrentes das reacções pozolânicas (preferencialmente nas amostras com fragmentos cerâmicos).
- A presença de materiais argilosos, ou outros com características semelhantes, que se encontrem no estado amorfo, resultantes de uma adição deliberada no momento antecedente à calcinação dos calcários, com o intuito de otimizar as propriedades das argamassas, de acordo com os objectivos definidos (p.ex: uma argamassa com propriedades hidráulicas possui maior resistência do que uma de cal aérea) [26].

Ainda nas argamassas do grupo 5 foram identificados fragmentos cerâmicos moídos como aditivos, de diferentes tonalidades de laranja/vermelho e granulometrias. A presença deste aditivo já tem vindo a ser detectada em diversos estudos sobre argamassas romanas também em território nacional [6 - 10]. Esta prática encontra-se preconizada no capítulo IV do Livro VII de Vitruvius, e teria como objectivo a melhoria do desempenho das argamassas à base de cal aérea em ambientes húmidos, o que se verifica em AM28, argamassa de revestimento, sobre a qual assentavam as placas de mármore que forravam os panos interiores das paredes do tanque. O recurso a este tipo de aditivos confere propriedades hidráulicas às argamassas, permitindo que ganhem presa em ambientes húmidos, se tornem impermeáveis à água e aumentem a sua durabilidade [26]. Por outro lado, Vitruvius também recomenda a aplicação de fragmentos cerâmicos moídos nas argamassas utilizadas no *nucleus*, camada mais dura e compacta onde assentaria o revestimento de um pavimento, tal como se verifica nas argamassas AM33 e AM34(a,b), recolhidas do pavimento do *podium* do templo (Livro VII, capítulo I) [15], tornando-os também impermeáveis e mais resistentes.

Na generalidade das amostras analisadas, os agregados são siliciosos: quartzo (hialino e leitoso), feldspatos e micas, com possível proveniência directa dos granitos locais, transportados pelos rios, mas próximo dos afloramentos, pois a morfologia é predominantemente angulosa, denotando pouco transporte dos agregados.

Nas amostras argamassas dos grupo 3 a 5, foi possível observar a presença de nódulos de cor branca, constituídos essencialmente por cálcio, segundo o MEV-EDX, ou seja, nódulos de cal. A sua presença é indicativa de que o processo de extinção da cal não foi completo, isto é, não foi utilizada a quantidade suficiente de água ou dado o tempo necessário para que o CaO se transformasse completamente em Ca(OH)<sub>2</sub> [16, 30].

#### 4. Conclusão e trabalhos futuros

A metodologia de caracterização das argamassas da *Ammaia* utilizada no presente estudo consistiu na aplicação de diversas técnicas físico-químicas que se complementam entre si. Nesta primeira abordagem preliminar, resultaram um conjunto de informações coerentes que permitiram responder a cada um dos objectivos inicialmente definidos:

- Constituintes das argamassas, proveniência das matérias-primas, contextualização histórica: Identificaram-se diferentes grupos de argamassas com base na sua composição, distinguindo-se a amostra AM24, sem adição significativa de calcite, pertencente às estruturas arquitectónicas consideradas do início da ocupação romana. Das restantes amostras, distinguem-se aquelas cuja composição do ligante não é correlacionável com a dos calcários dolomíticos da região e que provavelmente se enquadram no período romano. Por outro lado, nas amostras AM23 (Torre Oeste) e AM27 (*peristylum*) já permite estabelecer aquela correlação, as quais provavelmente se contextualizam numa fase posterior à romana (reconstrução islâmica ou exploração agrícola a partir do século XVII). Deste modo, estabeleceu-se uma relação entre a composição e o seu contexto histórico, corroborando os pressupostos definidos pela equipa de Arqueologia.
- Técnicas de produção: a eventual opção de não utilizar as matérias-primas locais na preparação da cal ou a adição deliberada de aditivos (fragmentos de cerâmica moída) em argamassas que iriam estar em contacto com ambientes húmidos são aspectos característicos do conhecimento das tecnologias de construção daquela civilização. À semelhança do que se tem verificado noutros estudos sobre argamassas romanas, também neste trabalho se constatou o profundo conhecimento que esta civilização possuía sobre as matérias-primas e da tecnologia de conjugação das mesmas, baseada na observação visual e na experimentação, com vista ao cumprimento de objectivos de construção definidos e que respeitam os tratados de construção da época.
- Variação da composição de acordo com a função: a caracterização das argamassas permitiu a sua distinção pela função que desempenham na estrutura arquitectónica perceptível, por exemplo, na composição das argamassas de assentamento que diverge das aplicadas como revestimento do pano interior do tanque e no revestimento preparatório do pavimento do templo; nestas últimas é visível a presença de fragmentos de cerâmica moída, com granulometria variável, prática preconizada por Vitruvius nos livros *De Architectura*. A variação da composição das argamassas foi mais evidente ao nível da sua função na estrutura arquitectónica (assentamento vs. revestimento) e do seu contexto histórico, do que propriamente quanto à importância social do edifício em estudo.
- Conservação e restauro: a caracterização dos ligantes, dos agregados e das proporções ligante:agregado constituíram um apoio fundamental no desenvolvimento de um conceito operativo para a conservação das estruturas arqueológicas, baseado na compatibilidade entre os materiais pré-existentes e as argamassas de restauro. Assim sendo, e em conjunto com a equipa de conservadores-restauradores e arqueólogos da *Ammaia*, seleccionaram-se áreas do pano interior da Torre Oeste, com vista à realização de testes de argamassas de assentamento. As juntas não funcionais devido à ausência de argamassa de preenchimento ou à quantidade insuficiente de argamassa para sustentar os blocos de pedra, a existência de juntas preenchidas até à face dos blocos, os diferentes graus de coesão das argamassas, são alguns dos factores que condicionam

a abordagem a uma intervenção, que estará longe de ser simples e consensual. Neste caso de estudo equaciona-se a urgente necessidade de reforço estrutural das alvenarias, a importância das argamassas neste processo (que se traduzirá na decisão sobre o nível de preenchimento das juntas - rebaixadas ou à face do bloco), a necessidade de consolidar as argamassas igualmente com materiais compatíveis – água de cal, e, por fim, a não menos importante preservação da leitura do conjunto desta ruína arqueológica e das suas valências históricas e estéticas. Neste momento decorre o processo de limpeza das superfícies, por meio da aplicação de ciclos de biocida, seguido de lavagem e escovagem das superfícies. Posteriormente, prevê-se a preparação de argamassas de restauro com traços de 1:3 e 1:4 (ligante:agregado, em volume), constituídas por ligante à base de cal aérea calcítica e agregados locais, lavados, de granulometria equilibrada e coloração aproximada à pré-existente. Se assim for possível, espera-se que o comportamento dos materiais seja acompanhado periodicamente, pelo menos, por observação visual.

Como perspectivas futuras, e com vista ao esclarecimento das questões levantadas neste estudo, sugere-se:

1. A realização de outros ensaios complementares, tais como:

- DRX da fracção fina, direccionada para a melhor caracterização do ligante.
- Análise química da fracção solúvel da argamassa, por espectrofotometria de absorção atómica, de modo a determinar os teores de cada elemento, expressos na forma de óxidos, nomeadamente, do CaO, de modo a relacionar com o teor de CaCO<sub>3</sub> obtido por ATG/ATD, e de MgO, de SO<sub>3</sub> (eventual presença de gesso), entre outros.
- Realização de observações petrográficas com vista à identificação dos produtos de neoformação decorrentes das reacções hidráulicas/pozolánicas, nomeadamente na interface ligante/fragmento cerâmico.
- ATG/DTG às restantes amostras que não foram alvo desta análise nesta fase do estudo, de modo a cumprir os objectivos de comparação entre argamassas, definidos pela equipa de Arqueologia.
- DRX e ATG/ATD das amostras das rochas, cal, e argamassas da Escusa, Olhos de Água e Porto da Espada.

2. Caracterização química e mineralógica dos fragmentos cerâmicos constituintes dos *cocciopesto/opus signinum*, pelo menos, por DRX, para caracterização do tipo de aditivos utilizados e a ocorrência de eventuais variações na sua composição de acordo com a sua coloração.

3. Continuação da caracterização das argamassas recolhidas pela equipa de Arqueologia, de modo a estabelecer comparações com os resultados obtidos nas anteriores fases de amostragem.

4. Ampliar a presente investigação às argamassas de revestimento decorativo, pigmentos e ornatos, cuja caracterização adquire particular relevância relativamente ao estudo das técnicas de produção artística romanas (uma vez que não se prevê a realização de reconstituições), mas também quanto à proveniência das matérias-primas, nomeadamente da cal.

5. Comparação dos resultados obtidos com amostras de argamassas romanas provenientes de Évora, Torre de Palma (Monforte, Portalegre), Mérida, dos quais actualmente se desconhece a realização de estudos de caracterização de argamassas semelhantes ao realizado na *Ammaia*.

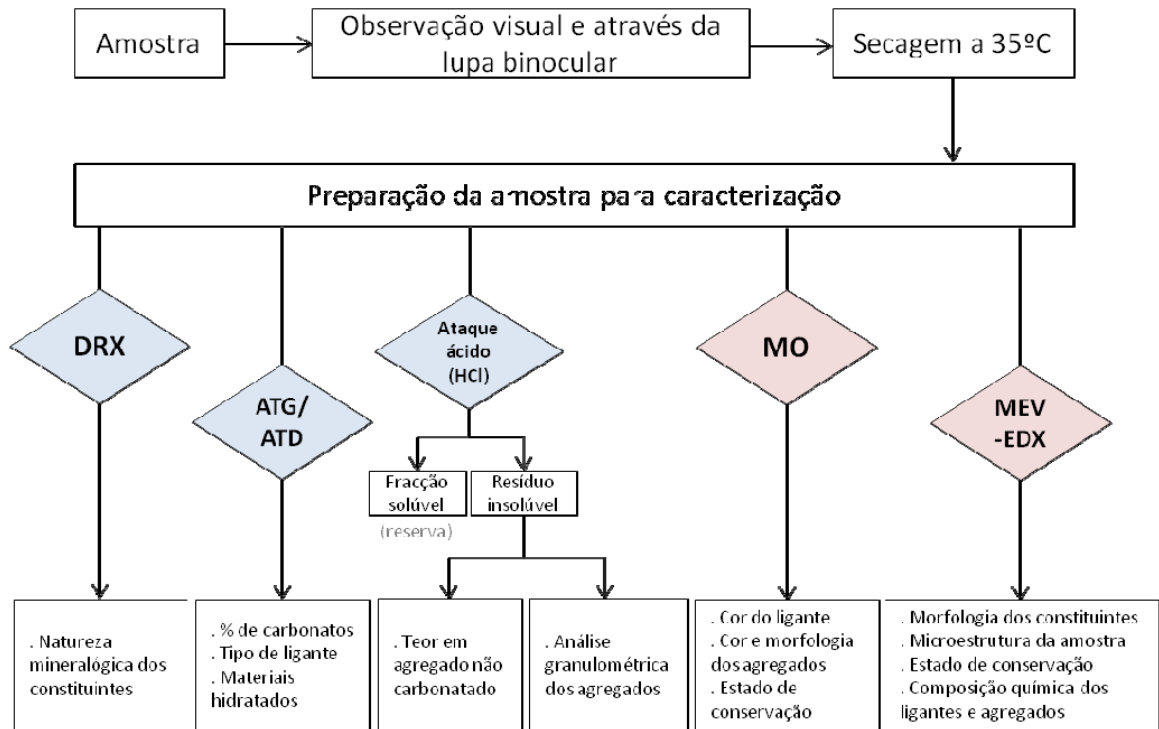
## Referências bibliográficas

- [1] Vermeulen, F., Taelman, D., "From cityscape to landscape in Roman Lusitania: the municipium of Ammaia", *Changing Landscapes - The impact of Roman towns in the Western Mediterranean - Proceedings of the International Colloquium, Castelo de Vide - Marvão 15th-17th May 2008*, ed. C. Corsi, F. Vermeulen, (2010) 311-324.
- [2] Pereira, S., *A Cidade Romana de Ammaia: Escavações Arqueológicas, 2000-2006*, Edições Colibri, Marvão (2009).
- [3] Fundação Cidade Ammaia, consultado em Janeiro de 2011 – [http://128934ed.110mb.com/index.php?p=1\\_2\\_Funda-o-Cidade-de-Ammaia](http://128934ed.110mb.com/index.php?p=1_2_Funda-o-Cidade-de-Ammaia)
- [4] Radio-Past, consultado em Janeiro de 2011, <http://www2.radiopast.eu/>
- [5] Osório, D., *Estudo e conservação das ruínas da Cidade de Ammaia e proposta de intervenção*, Fundação Cidade de Ammaia, Ammaia (2010). Documento interno.
- [6] Borsoi, G., Santos Silva, A., Menezes, P., Candeias, A., Mirão, J., "Chemical, mineralogical and microstructural characterization of historical mortars from the roman villa of Pisões, Beja, Portugal", *2<sup>nd</sup> Historic Mortars Conference HMC2010 and RILEM TC 203-RHM Final Workshop 22-24 September 2010, Prague, Czech Republic*, ed. J. Válek, C. Groot and J.J. Hughes, RILEM Publications SARL, República Checa (2010) 43-54.
- [7] Silva, A.S., Paiva, M., Ricardo, J., Salta, M., Monteiro, A.M., Candeias, A.E., "Characterisation of roman mortars from the archeological site of Tróia (Portugal)", *Materials Science Forum* Vols 514-516 (2006) 1643-1647. - <http://cathedral.lnec.pt/publicacoes/a5.pdf>
- [8] Silva, A.S., Ricardo, J. M., Salta, M., Adriano, P., Mirão, J., Candeias, A. E.; Macias, A., "Characterization of Roman mortars from the historical town of Mértola", in *Heritage Weathering and Conservation, Fort, Alvarez de Buergo*, ed. Gomes-Heras, Vasquez-Calvo, Taylor & Francis, Madrid (2006), Vol. I, 85-90.
- [9] Velosa, A.L., Coroado, J., Veiga, M.R., Rocha, F., "Characterization of roman mortars from Conímbriga with respect to their repair", *Materials Characterization* **58** (2007) 1208-1216.
- [10] Ricardo, J.M., Santos Silva, A., *Caracterização de argamassas romanas - relatório 28/05 - NMM*, LNEC, Lisboa (2005).
- [11] Rosado, L., Valadas, S., Mirão, J., Argamassas da Cidade de Ammaia – Relatório de Dezembro 2010, Laboratório Hercules, Universidade de Évora, documento interno.
- [12] Perdigão, J.C. & Fernandes, A.P., Carta Geológica de Portugal à escala de 1/50000. Notícia explicativa da folha 29-C, Marvão, Serviços Geológicos de Portugal, Lisboa (1976)
- [13] Manuppela, G., Balacó Moreira, J.C., Romão, M.L., *Panorama dos dolomitos e calcários dolomíticos portugueses*, Boletim de Minas do Instituto Geológico e Mineiro, Separata do Vol. 17, N° 4. Versão Online no site do INETI: [http://e-Geo.ineti.pt/geociencias/edicoes\\_online/diversos/artigos/dolomitos.htm](http://e-Geo.ineti.pt/geociencias/edicoes_online/diversos/artigos/dolomitos.htm)
- [14] Almeida, C., Mendonça, J.J.L., Jesus, M.R., Gomes, A.J., *Sistemas aquíferos de Portugal continental*, Instituto da Água (2009). Versão online: [http://snirh.pt/snirh/download/aquiferos\\_PortugalCont/Ficha\\_A2.pdf](http://snirh.pt/snirh/download/aquiferos_PortugalCont/Ficha_A2.pdf)
- [15] Vitruvius, *Tratado de Arquitectura (tradução do latim, introdução e notas por M. Justino Maciel)*, IST PRESS, Lisboa (2006).
- [16] Veiga, M.R., Aguiar, J., Silva, A.S., Carvalho, F., *Conservação e renovação de revestimentos de paredes de edifícios antigos*, LNEC, Lisboa (2004).
- [17] Delgado Rodrigues, J., Grossi, A., "Indicators and ratings for the compatibility assessment of conservation actions" *Journal of Cultural Heritage* **8** (2007) 32-43.
- [18] Ricardo, R. P., "8. Exame e designação da cor do solo" (reedição), consultado em Setembro de 2011- [https://dspace.ist.utl.pt/bitstream/2295/53831/1/Cor\\_solo\\_05-06s.pdf](https://dspace.ist.utl.pt/bitstream/2295/53831/1/Cor_solo_05-06s.pdf)
- [19] Jedrzejewska, H., Old mortars in Poland: a new method of investigation, *Studies in Conservation* **5** (1960) 132-138.
- [20] Caneva, G., Nugari, M. P. Nugari, Salvadori, O., La biologia en la restauración, NEREA, Sevilla (2000).
- [21] Silva, A.S., Cruz, T., Paiva, M.J., Candeias, A., Adriano, P., Schiavon, N., Mirão, J.A.P., "Mineralogical and chemical characterization of historical mortars from military fortifications in Lisbon harbour (Portugal)" *Environment Earth Science* **63** (2011) 1641-1650.
- [22] Duarte, I.M.R., Ladeira, F.L, Gomes, C.F., "Características geológico-geotécnicas do solo residual do granito de Marvão (Portalegre)", in *Actas do VII Congresso Nacional de Geotecnica*, Vol. 1, Porto (2000) pp. 151-160.
- [23] Moropoulou, A., Bakolas, A., Bisbikou, K., "Characterization of ancient, byzantine and later historic mortars by thermal and X-ray diffraction techniques", *Thermochimica Acta* **269/270** (1995) 779-795.


- [24] Moropoulou, A., Bakolas, A., Bisbikou, K., "Thermal analysis as a method of characterizing ancient ceramic Technologies", *Thermochimica Acta* **2570** (1995) 743-753.
- [25] Bakolas, A., Biscontin, G., Moropoulou, A., Zendri, E., "Characterization of structural byzantine mortars by thermogravimetric analysis", *Thermochimica Acta* **321** (1998) 151-160.
- [26] Elsen, J., Balen, K. V., Mertens, G., "Hydraulicity in Historic Lime Mortars: a review", *2<sup>nd</sup> Historic Mortars Conference HMC2010 and RILEM TC 203-RHM Final Workshop, 22-24 September 2010, Prague, Czech Republic*, ed. J. Válek, C. Groot and J.J. Hughes, RILEM Publications SARL, Czech Republic (2010) 129-145.
- [27] Bruni, S., Cariati, F., Fermo, P., Pozzi, A., Toniolo, L., "Characterization of magnesian mortars coming from northern Italy", *Thermochimica acta* **321** (1998) 161-165.
- [28] Paama, L., Pitkänen, I., Rönkkömäki, H., Perämäki, P., "Thermal and infrared spectroscopic characterization of historical mortars" *Thermochimica Acta* **320** (1998) 127-133.
- [29] Adriano, P., Santos Silva, A., *Caracterização de argamassas do período romano e árabe da Vila de Mértola – Relatório 200/06 – NMM*, LNEC, Lisboa (2006)
- [30] Adriano, P., Santos Silva, A., *Caracterização de argamassas antigas da Igreja de Santa Maria de Évora – Sé Catedral de Évora - Relatório 59/06 – NMM*, LNEC, Lisboa (2006).
- [31] Montoya, C., Lanás, J., Arandigoyen, M., Navarro, I., García Casado, P.J., Alvarez, J.I., "Study of ancient dolomitic mortars of the church of Santa María de Zamarce in Navarra (Spain): comparison with simulated standards", *Thermochimica acta* **398** (2003) 107-122.
- [32] Pires, J., Cruz, A. J., "Techniques of thermal analysis applied to the study of cultural heritage", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. **87** (2007) 2, 411-415.
- [33] Newton, R. G., Sharp, J. H., "An investigation of the chemical constituents of some renaissance plasters", *Studies in Conservation* **32** (1987) 163-175.

## Anexos

### Anexo I. Esquema da metodologia de caracterização das argamassas



Legenda:

 Caracterização química e mineralógica


 Caracterização microestrutural

Figura I.1. Registo esquemático da metodologia utilizada na caracterização das argamassas, adaptado da que tem vindo a ser desenvolvida pelo LNEC [16].

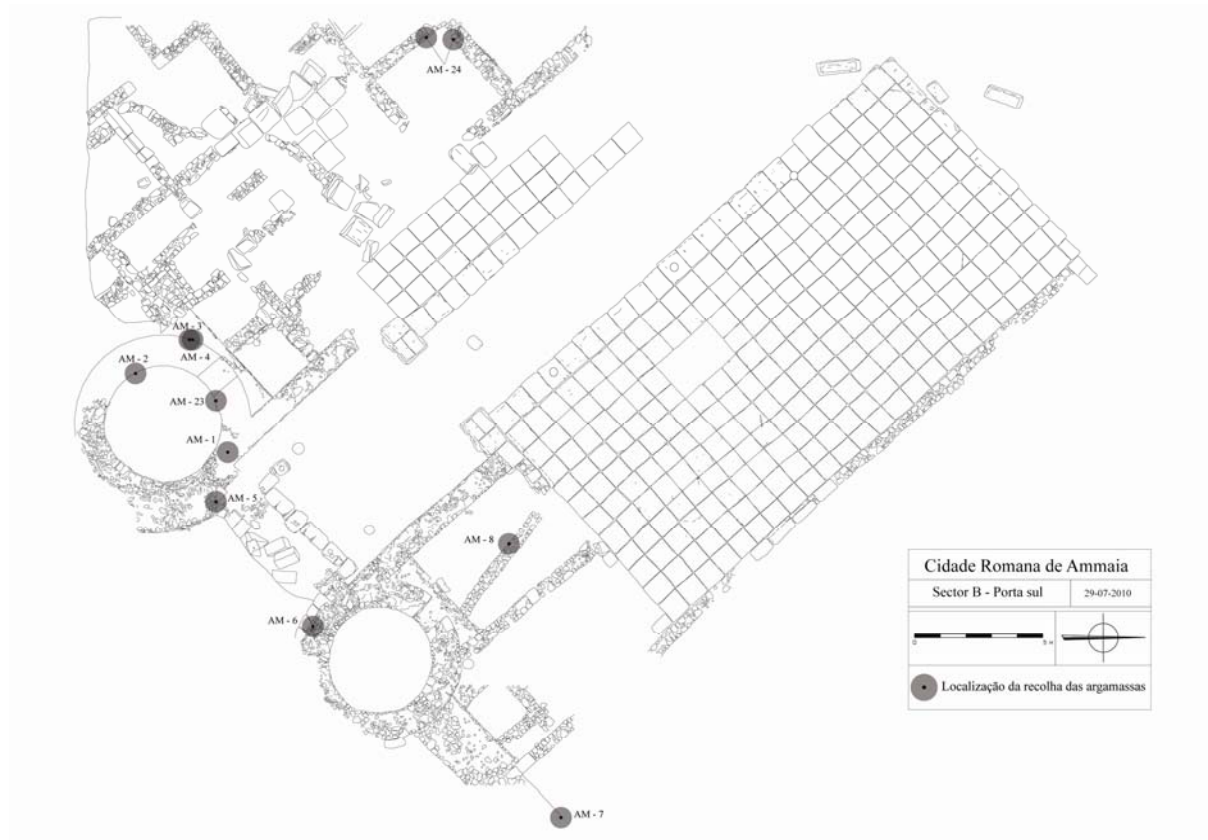
## Anexo II. Registo das amostras submetidas a ATG/ATD

Tabela II.1. Registo das amostras submetidas à ATG/ATD.

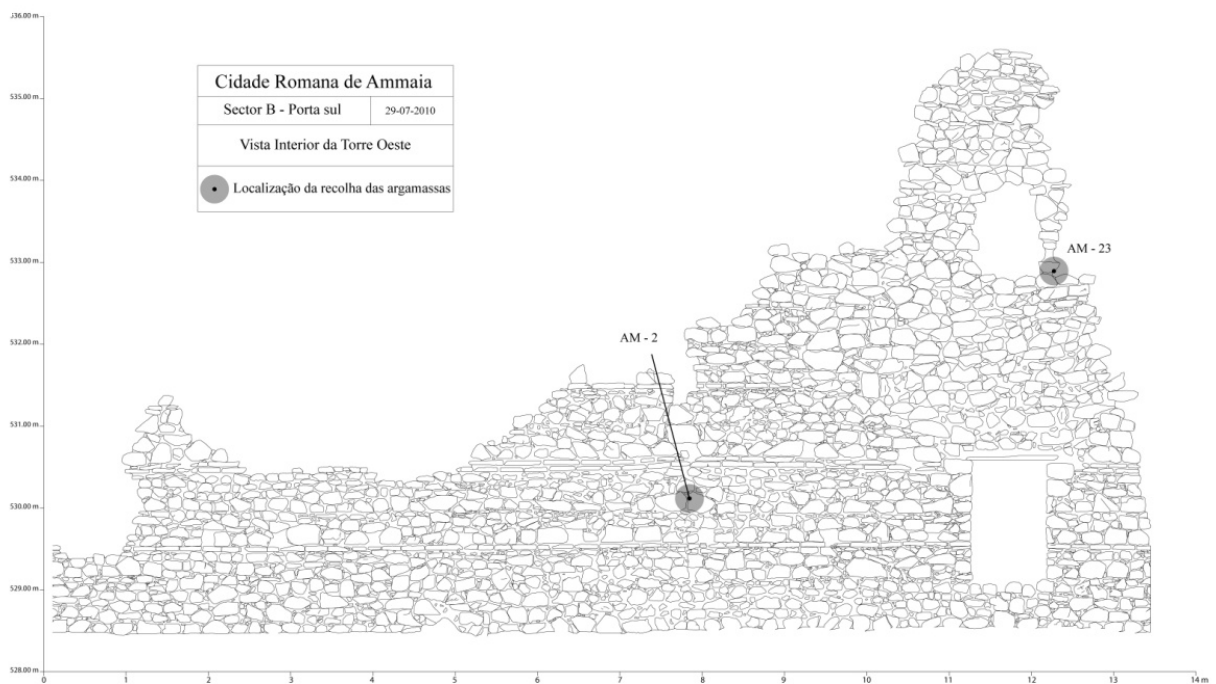
Localização	Amostra	Objectivo da análise
Porta Sul	AM2	Por ser considerada romana
	AM23	Por ser considerada islâmica
<i>Peristylum</i>	AM26	Por ser considerada romana
	AM27	Por ser considerada islâmica
Termas	AM28	Interior do tanque ( <i>cocciopesto</i> )
	AM29	Exterior do tanque
	AM30	Poderá ser da mesma época de AM28 e AM29 apesar de ser outra estrutura das termas com uma função diferente do tanque
Forum Templo	AM9	Comparação da composição das argamassas de diferentes níveis do <i>podium</i> - Corpo estrutural / enchimento do <i>podium</i> do templo, face frontal
	AM9B	Corpo estrutural / enchimento do <i>podium</i> do templo, face frontal (comparação com AM9)
	AM32	Corpo estrutural / enchimento do <i>podium</i> do templo, face lateral
	AM33	Piso preparatório para assentamento de pavimento (interior da <i>cella</i> ) – possui fragmentos cerâmicos
	AM34a	bloco de <i>cocciopesto</i> constituído por: - Fragmentos cerâmicos de granulometria muito grosseira
	AM34b	- Fragmentos cerâmicos de granulometria mais fina
Forum Pórtico	AM35	Estas amostras poderão ser de épocas diferentes
	AM36	

**Anexo III. Mapeamentos da localização das amostras recolhidas nas duas fases de amostragem**

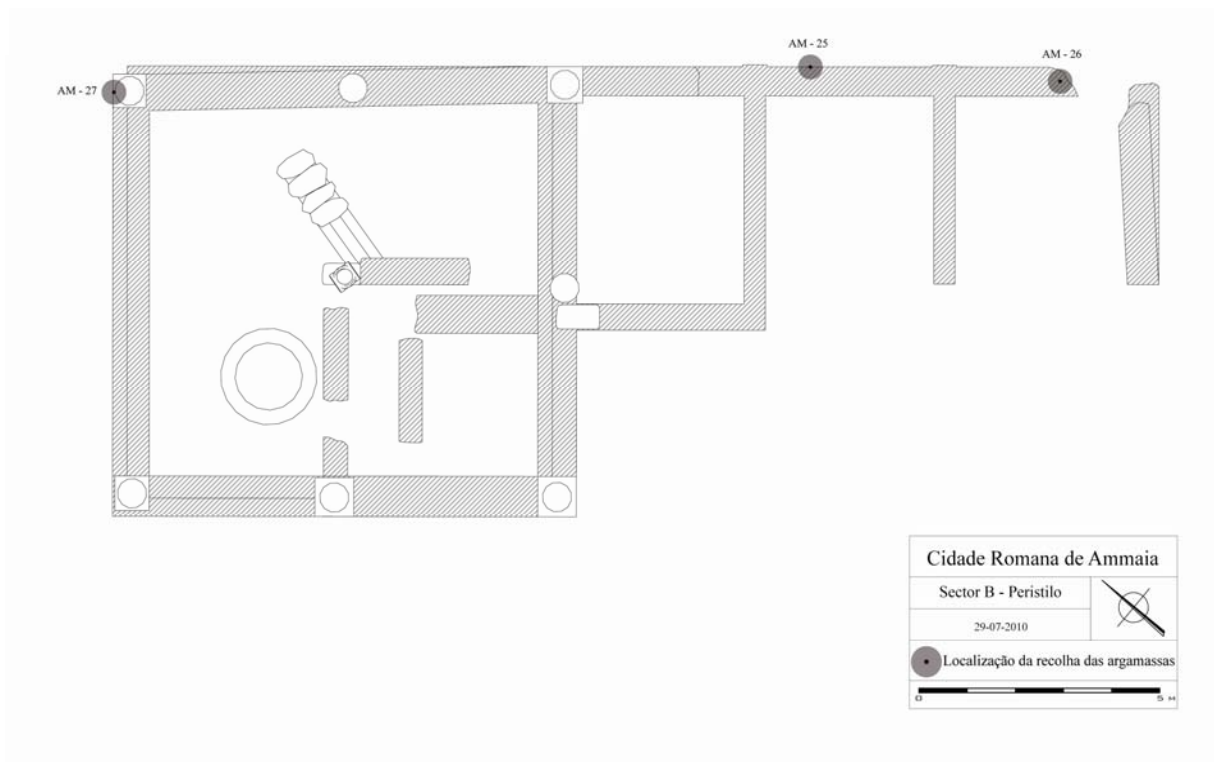
a)



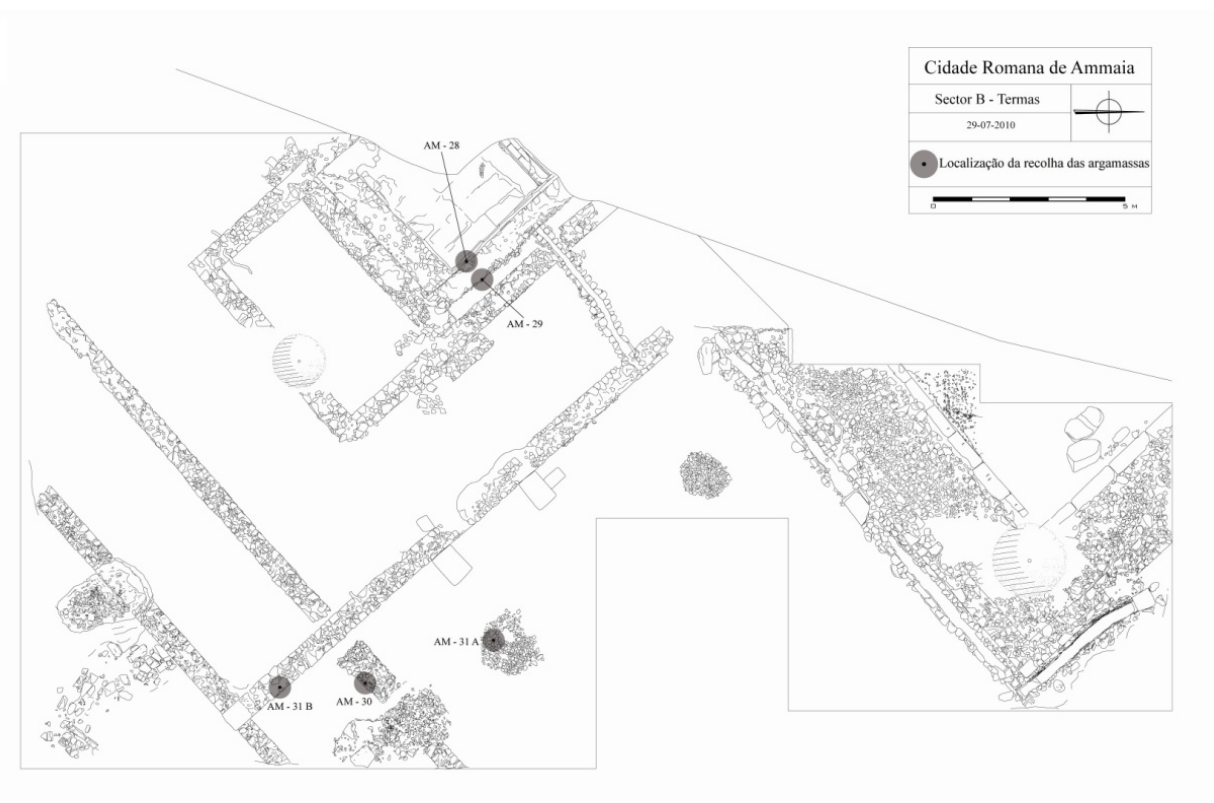
b)



c)



d)



e)



f)

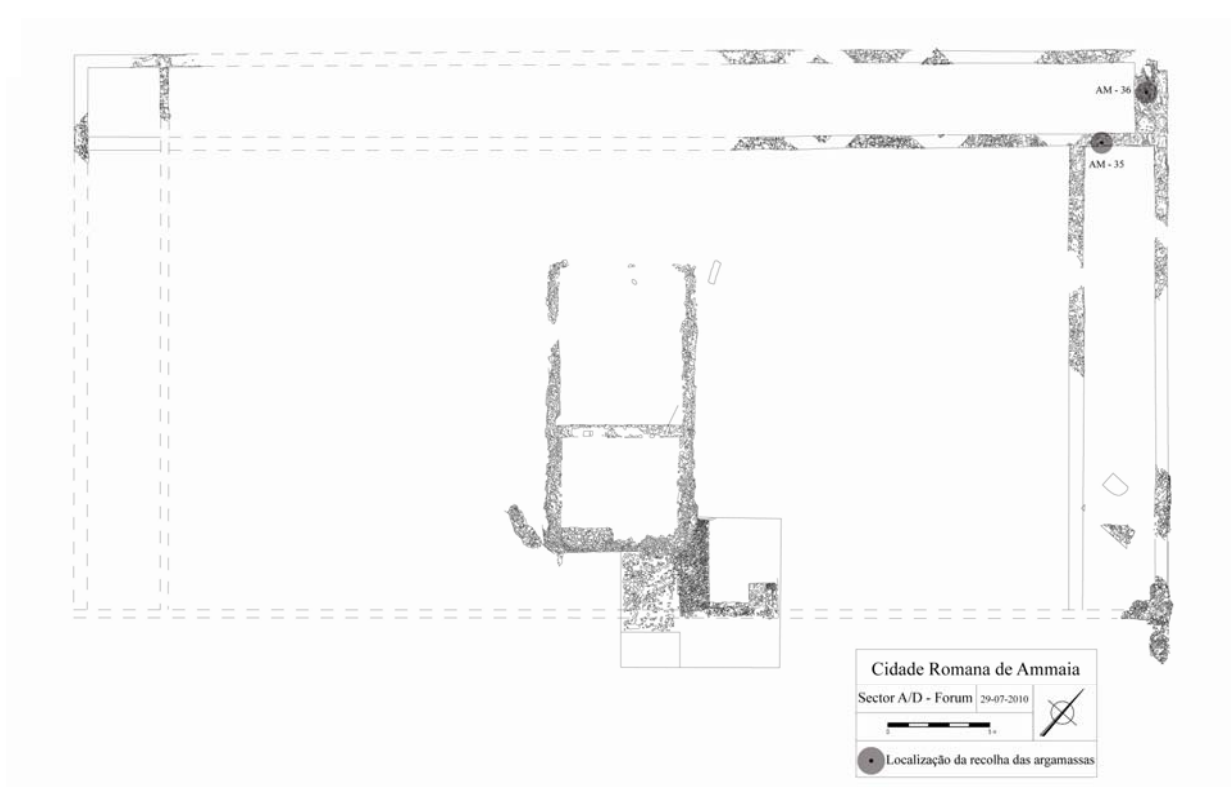











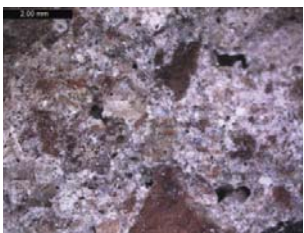

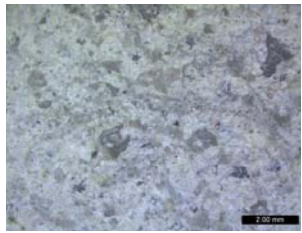





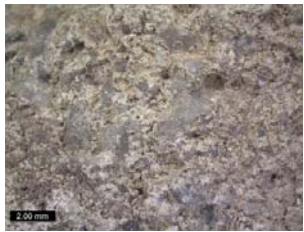

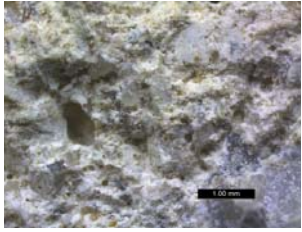

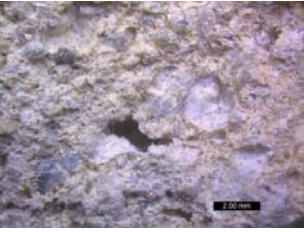


Figura III.1. Mapeamentos da localização das amostras recolhidas nas duas fases de amostragem: a) Porta Sul; b) Interior da Torre Oeste; c) *Peristylum*; d) Termas; e) Templo do *forum*; f) Pórtico do *Forum*.  
Fonte: Os mapeamentos foram gentilmente cedidos pela Fundação Cidade de Ammaia.

Anexo IV. Registo fotográfico e observação à lupa binocular das amostras de argamassas.

Registo fotográfico	Lupa binocular	Registo fotográfico	Lupa binocular
			
<b>AM23</b>		<b>AM24</b>	
			
<b>AM25</b>		<b>AM26</b>	
			
<b>AM27</b>		<b>AM28</b>	
			
<b>AM29</b>		<b>AM30</b>	
			
<b>AM31A</b>		<b>AM31B</b>	
			
<b>AM9B</b>		<b>AM32</b>	

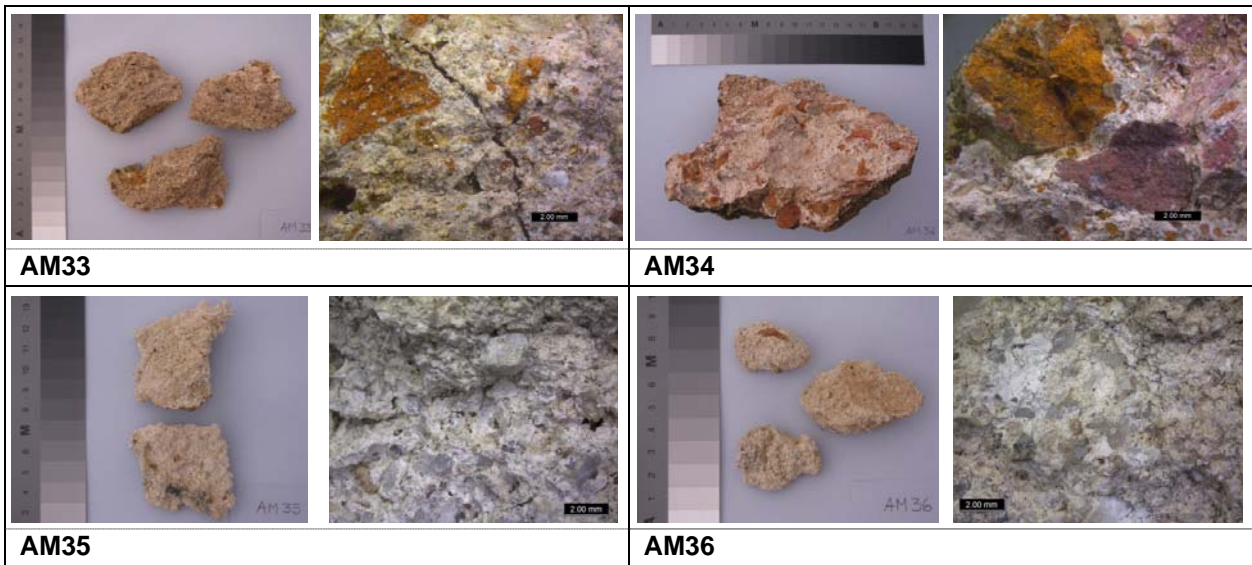


Figura IV.1. Registo fotogrfico e observao  lupa binocular das amostras de argamassas.

Tabela IV.1. Registo da identificação e descrição das cores das fracções final e global de acordo com a *Munsell Soil Color Chart* (1992).

Amostras	Fracção fina		Fracção global	
	Cor	Hue Value/Chroma	Cor	Hue Value/Chroma
AM23	very pale brown	10YR 7/3	very pale brown	10YR 8/2
AM24	strong brown	7,5YR 4/6	strong brown	7,5YR 5/6
AM25	pale brown	10YR 6/3	very pale yellow	10YR 7/3
AM26	very pale brown	10YR 8/3	very pale brown	10YR 8/2
AM27	very pale brown	10YR 7/3	very pale brown	10YR 7/3
AM28	reddish yellow	7,5YR 6-7/6	reddish yellow	5YR 6/8
AM29	very pale brown	10YR 8/2	very pale brown	10YR 8/2
AM30	very pale brown	10YR 7/3	very pale brown	10YR 8/3
AM31A	pale brown	10YR 6/3	very pale brown	10YR 7/4
AM31B	very pale brown	10YR 7/4	very pale brown	10YR 7/3
AM9B	very pale brown	10YR 8/3	very pale brown	10YR 8/2
AM32	very pale brown	10YR 8/3	very pale brown	10YR 8/2
AM33	light brown	7,5YR 6/4	pink	7,5YR 7/4
AM34a	reddish yellow	5YR 6/6	reddish yellow	5YR6-7/6
AM34b	light reddish brown	5YR 6/4	pink	5YR 7/4
AM35	very pale brown	10YR 8/3	very pale brown	10YR 8/3
AM36	very pale brown	10YR 8/3	very pale brown	10YR 8/3

Tradução das designações das cores de acordo com Ricardo [18]:

“*light brown*” - pardo claro

“*light reddish brown*” – pardo avermelhado claro

“*pale brown*” - pardo pálido

“pink” - rosado

“*reddish yellow*” - amarelo avermelhado ou alaranjado

“*strong brown*” - pardo forte

“*very pale brown*” - pardo muito pálido

**Anexo V. Análise granulométrica do resíduo insolúvel retido, curvas de distribuição granulométrica e descrição mineralógica dos agregados por observação à lupa binocular**

Tabela V.1. Registo da análise da granulometria do resíduo insolúvel retido, por fracção (%).

Amostras	Material retido por cada fracção (%)							
	< 0,063	0,063 - 0,125	0,125 - 0,250	0,250 - 0,5	0,5 - 1	1 - 2	2 - 4	> 4
AM23	10,47	6,75	11,91	22,91	24,53	17,99	5,43	0,00
AM24	8,20	8,91	10,36	11,04	15,29	8,61	6,89	30,69
AM25	0,35	1,07	2,32	7,28	20,88	35,42	23,31	9,38
AM26	1,35	5,04	12,52	21,54	27,66	22,32	9,57	0,00
AM27	0,97	2,37	6,27	24,32	32,71	21,10	9,21	3,05
AM28	1,37	2,67	5,11	6,31	6,10	9,32	19,88	49,24
AM29	1,89	6,83	13,79	22,34	22,94	18,14	4,97	9,10
AM30	0,38	1,11	3,20	8,83	12,42	9,62	7,24	57,20
AM31A	1,19	2,19	3,72	9,08	19,53	19,78	13,67	30,85
AM31B	0,61	1,21	2,26	7,12	18,71	33,33	29,15	7,61
AM9B	0,78	2,90	7,53	16,23	26,72	22,70	10,47	12,69
AM32	1,63	3,89	8,50	19,62	31,51	22,13	10,27	2,45
AM33	4,80	5,98	10,25	17,61	25,41	19,11	10,77	6,08
AM34a	1,49	3,50	5,60	7,30	10,30	11,70	16,71	43,39
AM34b	3,14	5,42	8,43	10,51	16,11	26,65	29,75	0,00
AM35	2,91	5,00	9,78	16,35	26,86	27,03	12,06	0,00
AM36	2,51	4,68	7,00	14,64	22,36	18,45	7,55	22,81

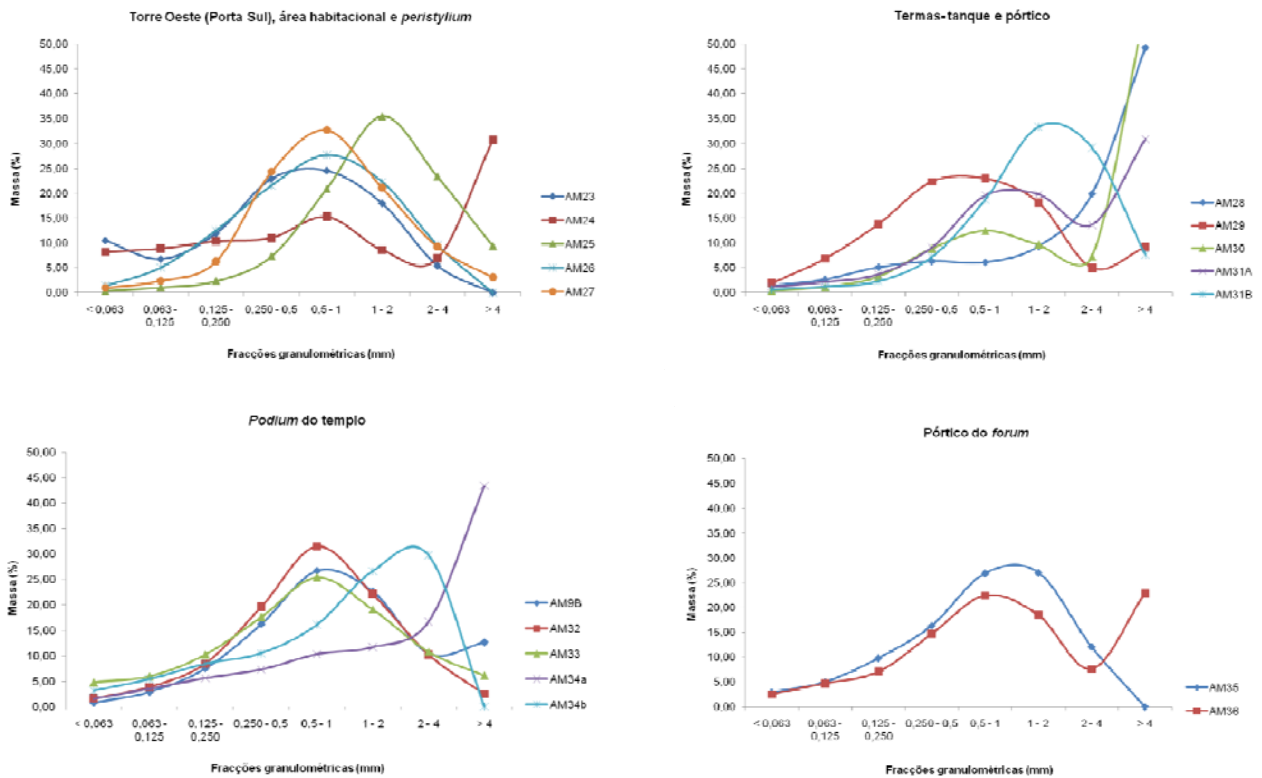


Figura V.1. Curvas de distribuição granulométrica obtidas através da pesagem do resíduo insolúvel retido em cada fracção, por amostra.

Tabela V.2. Registo da descrição mineralógica dos agregados por observação à lupa binocular.

Amostr a	Fracção predominante (mm)	Mineral predominante	Outros minerais/rochas	Formato dos grãos	Aditivos
AM23	1 – 0,5	Quartzo (hialino, leitoso)	Quartzito Feldspatos, micas Aglomerados de areias	Angulosos	-
AM24	> 4 e 1 – 0,5	(terra)	Rochas metamórficas (xisto, quartzito) Granito	Angulosos	(presença de matéria orgânica - raízes, ervas)
AM25	2 – 1	Quartzo (hialino, leitoso)	Rochas metamórficas (xistos, micaxistos) Micas (biotite, moscovite) Anfíbolas	Subrolados	-
AM26	1 – 0,5		Rochas metamórficas Feldspatos, micas (biotites) Anfíbolas	Angulosos	-
AM27	1 – 0,5		Rochas metamórficas (xistos, micaxistos, quartzitos) Micas Aglomerados de areias	Angulosos	-
AM28	> 4		Rochas metamórficas (quartzito) Rochas ígneas Feldspatos, micas	Angulosos	Fragmentos cerâmicos de diferentes colorações (em todas as fracções)
AM29	1 – 0,5 e 0,5 – 0,25		Quartzo fumado Feldspatos, micas (moscovite) Aglomerados de areias	Angulosos	-
AM30	> 4 e 1 – 0,5		Quartzo fumado Rochas metamórficas Granitóides, feldspatos, micas (biotite, moscovite)	Angulosos	-
AM31 A	> 4 e 2 – 0,5		Rochas metamórficas (xistos) Rochas sedimentares clásticas (grauvaques) Feldspatos, micas	Rolados	Fragmentos cerâmicos (residual)
AM31 B	2 – 1		Rochas metamórficas (quartzito) Granitóides Feldspatos, micas (moscovite)	Angulosos	Fragmentos cerâmicos (residual)
AM9B	1 – 0,5		Quartzo fumado, citrino Quartzito Feldspatos, anfíbolas	Angulosos (nas fracções menores predominam os rolados)	-
AM32	1 – 0,5		Feldspatos, micas	Subangulosos	-
AM33	1 – 0,5		Rochas metamórficas (quartzito, xisto) Rochas sedimentares clásticas (grauvaques) Granitóide (com muito feldspato) Micas (em rocha)	Angulosos	Fragmentos cerâmicos de diferentes colorações (em todas as fracções)
AM34 a	> 4		Quartzo citrino Rochas metamórficas (quartzito) Micas (biotite, moscovite) Granitóides Feldspatos (e litoclastos de rochas metamórficas com feldspatos)	Angulosos	Fragmentos cerâmicos de diferentes colorações (em todas as fracções)
AM34 b	4 – 2		Rochas metamórficas (quartzito) Rochas ígneas Micas (biotite, moscovite) Litoclastos de rochas metamórficas com feldspatos	Angulosos	Fragmentos cerâmicos de diferentes colorações (em todas as fracções)
AM35	2 – 1		Rochas metamórficas (quartzito) Micas (biotite) Aglomerados de material arenoso do tipo argilítico	Angulosos	Fragmentos cerâmicos (residual)
AM36	> 4 e 1 – 0,5	Litoclastos com quartzo e feldspato, micas	Angulosos	Fragmentos cerâmicos (residual)	

## Anexo VI. Difractogramas de raios-X das frações globais das argamassas

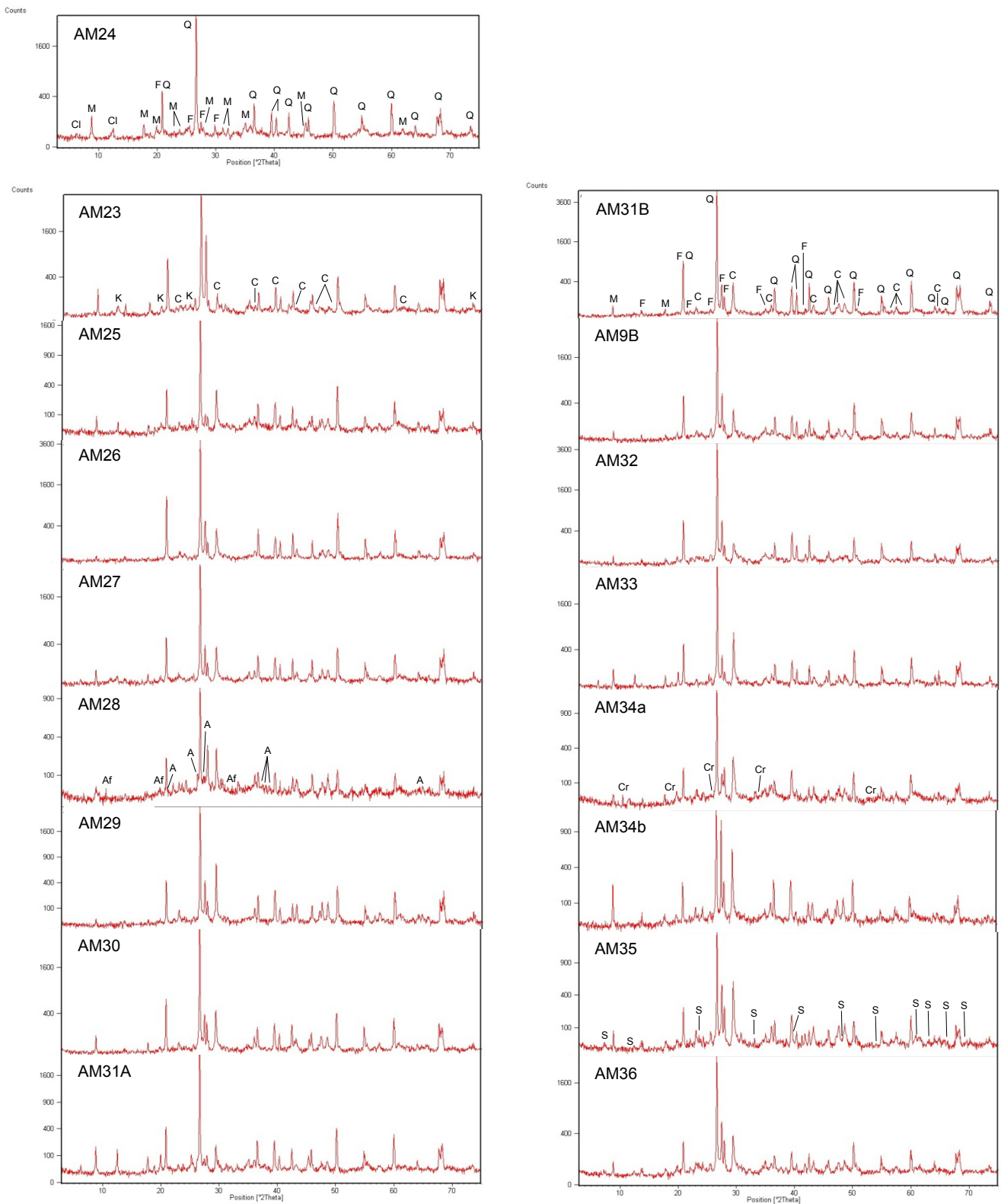


Figura VI.1. Difractogramas de raios-X das frações globais das argamassas. Legenda: Q – Quartzo; C – Calcite; F – Feldspato; M – Micas; Cl – Clorite; S – Sepiolite; K – Caulinite; Cr – Cordierite; Af – Anfíbola.

**Anexo VII. Imagens do MEV, mapas de distribuição dos elementos químicos e espectros EDX.**

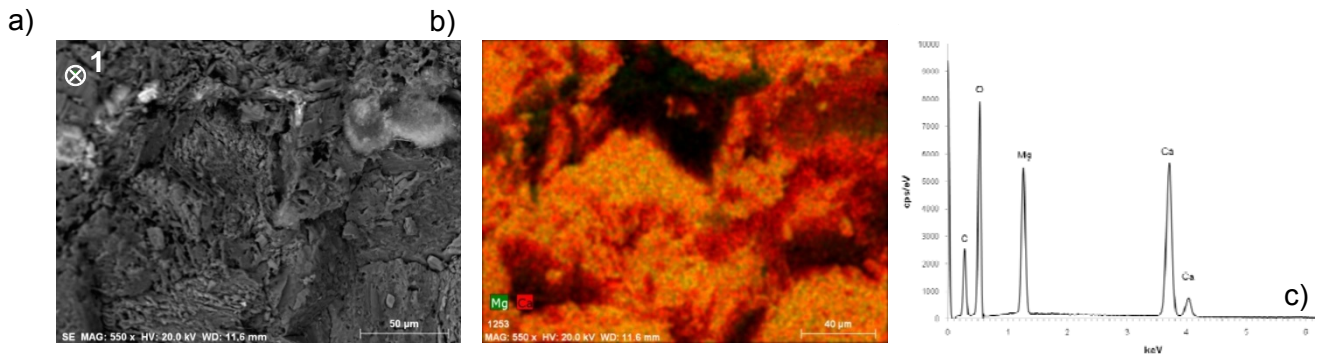


Figura VII.1. A1: a) aspecto microestrutural do calcário dolomítico da Escusa; b) mapa elemental da distribuição do magnésio e do cálcio; c) espectro EDS resultante da análise pontual localizada na imagem com 1.

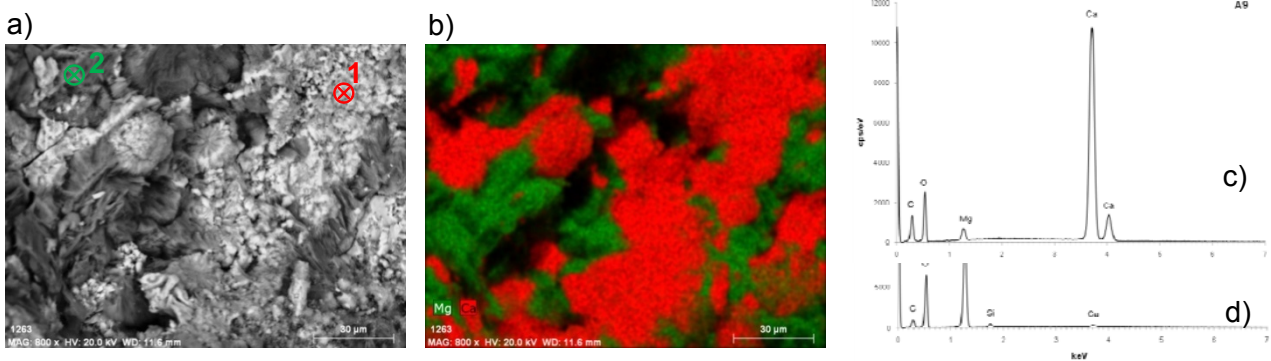


Figura VII.2. A9: a) aspecto microestrutural da cal do forno da Escusa; b) mapa elemental da distribuição do magnésio e do cálcio; c) espectro EDS resultante da análise pontual localizada na imagem com 1 (área rica em cálcio); d) espectro EDS resultante da análise pontual localizada na imagem com 2 - área rica em magnésio.

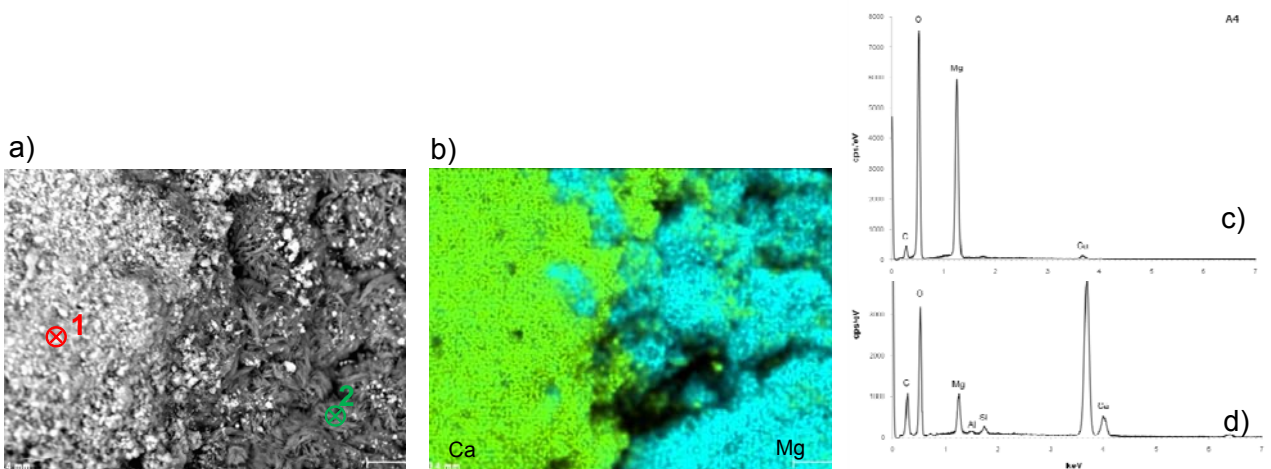


Figura VII.3. A4: a) aspecto microestrutural da argamassa do forno dos Olhos de Água; b) mapa elemental da distribuição do magnésio e do cálcio; c) espectro EDS resultante da análise pontual localizada na imagem com 2 (área rica em magnésio); d) espectro EDS resultante da análise pontual localizada na imagem com 1 - área rica em cálcio.

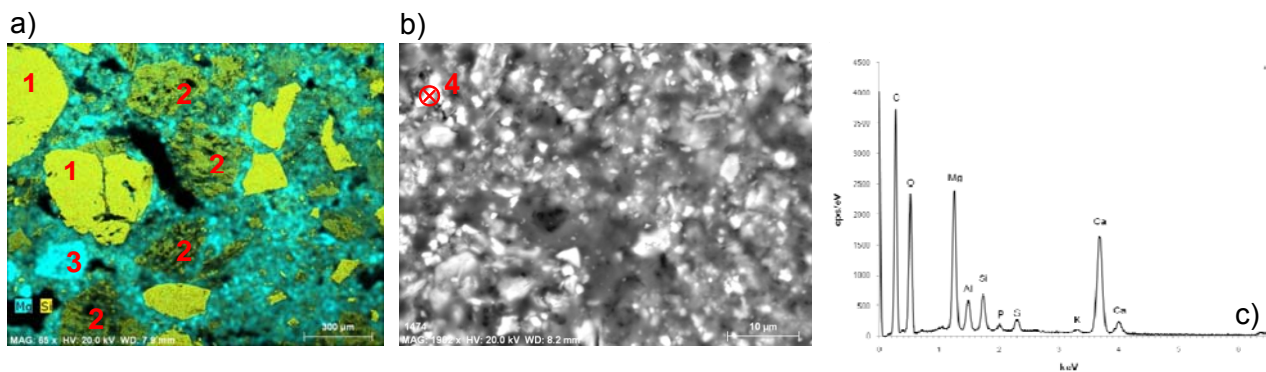


Figura VII.4. AM23: a) mapa elemental da distribuição do magnésio (predominante no ligante) e do silício - agregados de quartzo (1); feldspatos potássicos (2); nódulos de cal (3); b) aspecto microestrutural da área de ligante e agregados; c) espectro EDS resultante da análise química pontual localizada na imagem com 4 - ligante.

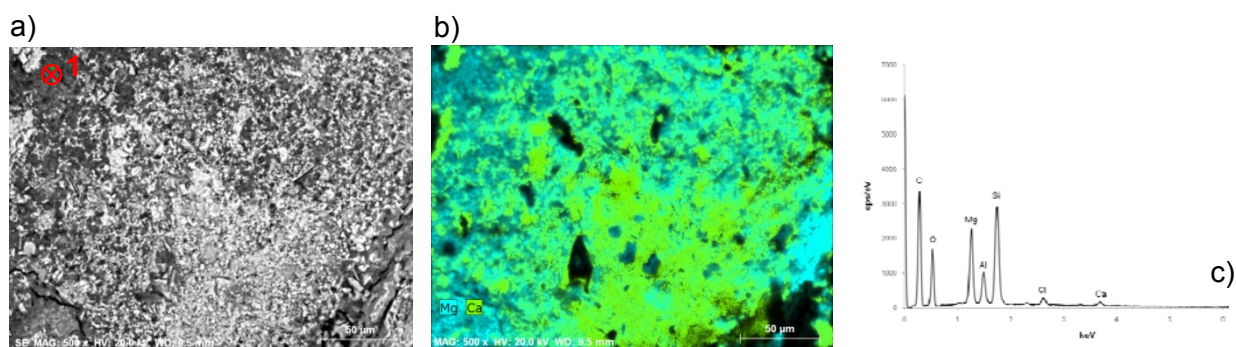


Figura VII.5. AM32: a) aspecto microestrutural da área de ligante rica em silicatos de alumínio e magnésio; b) mapa elemental da distribuição do magnésio e do cálcio; c) espectro EDS resultante da análise química pontual localizada na imagem com 1.

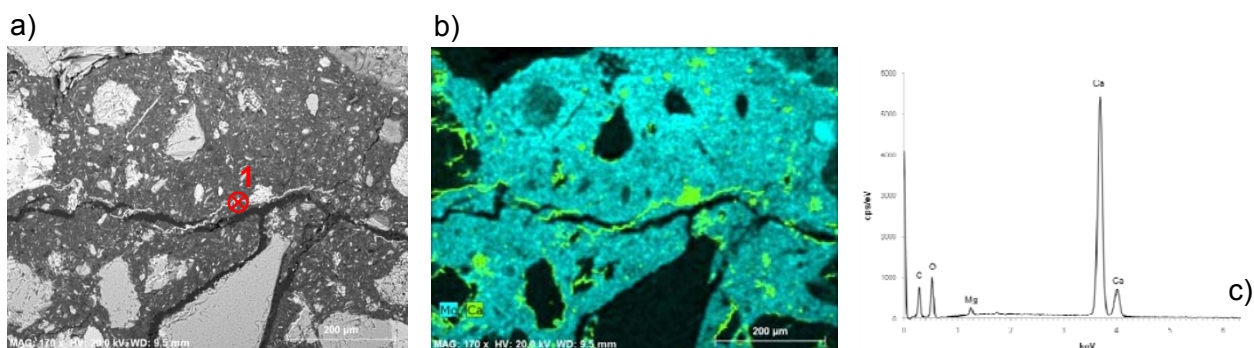


Figura VII.6. AM32: a) aspecto microestrutural da área de ligante e agregados; b) mapa elemental da distribuição do magnésio (predominante no ligante) enquanto o cálcio se encontra preferencialmente nos veios; c) espectro EDS resultante da análise química pontual localizada na imagem com 1 - calcite presente nos veios.

a)

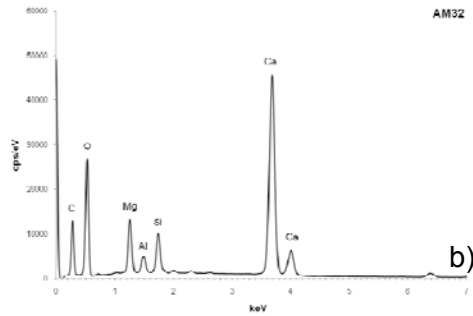
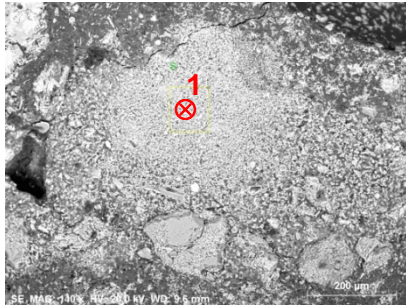


Figura VII.7. AM32: a) aspecto microestrutural do nódulo de cal; b) espectro EDS resultante da análise química pontual localizada na imagem com 1.

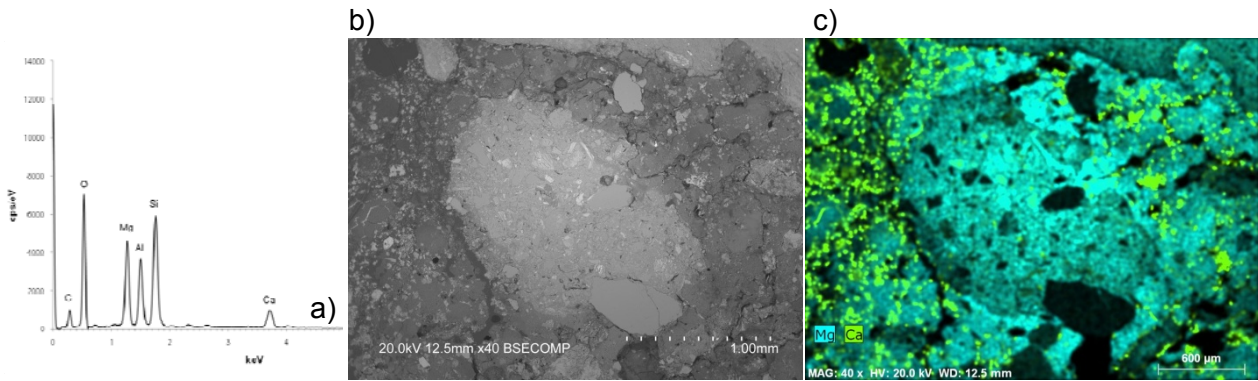
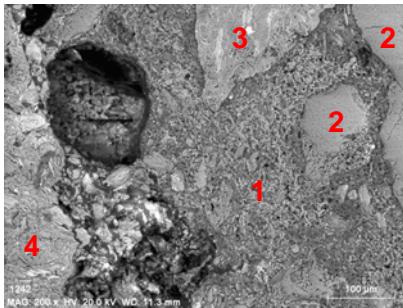
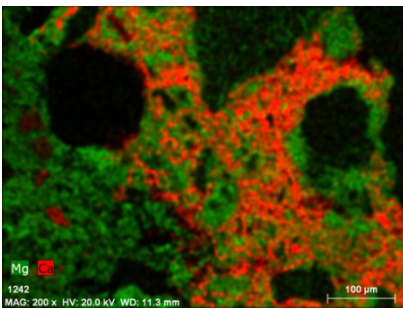


Figura VII.8. AM34: a) espectro EDS resultante da análise química pontual da área de ligante enriquecida em silicatos de alumínio e magnésio; AM28: b) aspecto microestrutural de fragmento cerâmico (ao centro) e área adjacente enriquecida em aluminossilicatos de magnésio; c) mapa de distribuição do magnésio e do cálcio, a preencher os vazios.

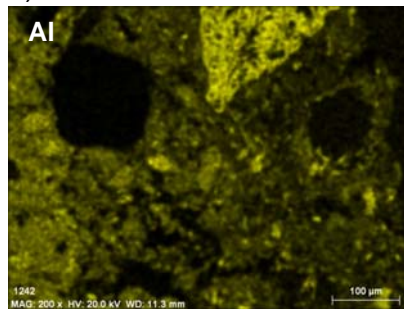
a)



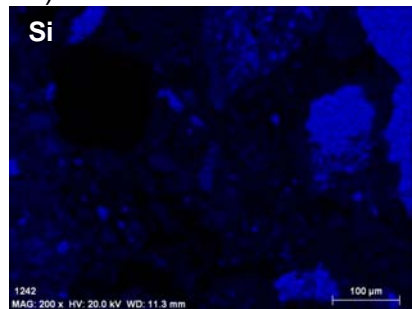
b)



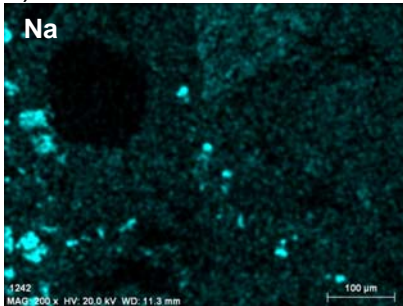
c)



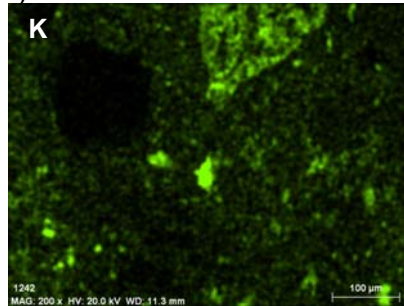
d)



e)



f)



g)

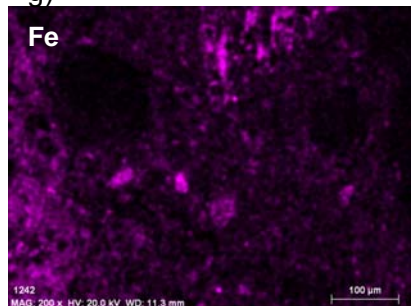


Figura VII.9. AM34: a) Aspecto geral da microestrutura da área de ligante (1), agregados (2 e 3) e fragmentos cerâmicos (4); b) mapa elementar da distribuição do cálcio em oposição ao magnésio, que surge coincidente com o alumínio (c) e silício (d); c) a g) mapas elementares de distribuição dos elementos alumínio, silício, sódio, potássio e ferro, respectivamente. Quanto aos agregados detectam-se os que são ricos em silício – quartzo (2); a coincidência do alumínio, potássio, magnésio, ferro e silício indiciam a presença de um mineral ferromagnésiano, de cor preta (3) (biotite – não é anfíbola porque esta pressupõe a presença de cálcio, o qual não se detecta neste agregado); à esquerda, no fragmento cerâmico (4) detecta-se a coincidência do magnésio, alumínio, potássio, sódio, cálcio, ferro, silício e titânio.