



**Sandro Miguel dos
Santos Botas**

**Recuperação de fachadas azulejadas antigas –
Desenvolvimento de argamassas compatíveis e
estudo dos fenómenos de aderência**



**Sandro Miguel dos
Santos Botas**

**Recuperação de fachadas azulejadas antigas –
Desenvolvimento de argamassas compatíveis e
estudo dos fenómenos de aderência**

Tese elaborada no Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC) e apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Doutor em Engenharia Civil, realizada sob a orientação científica da Doutora Engenheira Maria do Rosário da Silva Veiga, Investigadora Principal com Habilitação do Laboratório Nacional de Engenharia Civil e da Professora Doutora Ana Luísa Lomelino Velosa, Professora Associada do Departamento de Engenharia Civil da Universidade de Aveiro.

Não sou nada.
Nunca serei nada.
Não posso querer ser nada.
À parte disso, tenho em mim todos os sonhos do mundo.

Álvaro de Campos (Fernando Pessoa), Tabacaria, Poemas.

Ao meu pai, Diogo, e à minha mãe, Romana.

o júri

Presidente

Professor Doutor Victor Miguel Carneiro de Sousa Ferreira
Professor Catedrático, Universidade de Aveiro

Vogal

Doutor(a) Maria Paulina Santos Forte de Faria Rodrigues
Professora Associada, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Vogal

Professor Doutor Aníbal Guimarães da Costa
Professor Catedrático, Universidade de Aveiro

Vogal

Doutor(a) Ana Paula Patrício Teixeira Ferreira Pinto França de Santana
Professora Auxiliar, Instituto Superior Técnico

Vogal - Orientadora

Doutora Maria do Rosário da Silva Veiga
Investigadora principal com habilitação, LNEC - Laboratório Nacional de Engenharia Civil

Agradecimentos

À Fundação para a Ciência e Tecnologia pelo financiamento no âmbito da bolsa de Doutoramento.

À minha orientadora científica, Dr.^a Maria do Rosário da Silva Veiga, pelo excelente acompanhamento científico, incentivo, dedicação e pela transmissão de conhecimentos, deixando sempre espaço para a minha proatividade. Obrigado pela disponibilização de todas as condições para o desenvolvimento do trabalho e pelas boas interações humanas que privámos ao longo destes anos. Deixo também os parabéns pela excelente coordenação do Núcleo de Revestimentos e Isolamentos (NRI) do Departamento de Edifícios (DED), no qual desempenha o cargo de chefia, pois os bons relacionamentos humanos também exponenciam a capacidade de produção e a evolução científica. Obrigado por sempre me fazer sentir parte desta excelente equipa!

À minha coorientadora científica Ana Luísa Velosa pelo acompanhamento científico, pela confiança, constantemente demonstrada, e pelo forte incentivo sempre presente.

À Direção do Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC), por me ter acolhido e me ter dado todas as condições para o desenvolvimento do meu trabalho.

À Câmara Municipal de Ovar e ao Atelier de Conservação e Restauro do Azulejo (ACRA), na pessoa da Mestre Isabel Ferreira. Agradeço especialmente à Isabel, pois é uma pessoa que, não tendo relação direta com o meu trabalho, sempre se disponibilizou a tudo o que foi pedido (e não foi pouco). Se todas as pessoas envolvidas no ramo tivessem, para além do forte conhecimento, metade da dedicação, perseverança e paixão pela azulejaria como tem a Isabel, hoje em dia, Portugal seria um país mais rico.

No Núcleo de Materiais Metálicos (NMM) do LNEC, ao Doutor António Santos Silva pelo auxílio e colaboração na realização e interpretação dos ensaios químicos e microestruturais. À Dr.^a Paula Menezes e à Dr.^a Dora Soares pela disponibilidade e acompanhamento nos ensaios de MEV, DRX e ATG. À Dr.^a Luzia Barracha e à Sr.^a Fátima Menezes pela colaboração na preparação dos ensaios.

Ao Doutor Luís Matias, pela amizade, colaboração e disponibilidade na realização dos ensaios de Termografia.

Aos colegas, Mestre Sofia Malanho, Mestre Rita Santos e Dr. Giovanni Borsoi pelo apoio, incentivo, colaboração, partilha de sucessos e frustrações e fundamentalmente, por trabalharem comigo como uma verdadeira equipa de amigos.

Aos colegas Sr. Bento Sabala, Sr.^a Ana Maria Duarte, Mestre Dora Santos e Sr. Luís Carmo pelo apoio laboratorial na campanha de ensaios realizada no NRI e pela disponibilidade demonstrada.

Aos colegas, ex-colegas e amigos Dr. Carlos Pina Santos, Dr. António Vilhena, Dr. Cláudio Cruz, Eng.^a Alexandra Costa, Mestre Ricardo Gomes, Mestre Nádia Lampreia, Mestre Sílvia Costa, Mestre Catarina Farinha, Sr.^a Vanda Cardoso e Mestre Ana Marques pela colaboração e amizade ao longo destes fantásticos anos.

Aos restantes colegas do NRI, do DED e restantes Departamentos do Laboratório Nacional de Engenharia Civil.

A todas as empresas que ofereceram os seus materiais ajudando no desenvolvimento do trabalho: Revigrés, Lusical, Secil argamassas, Lena agregados, Cinca, Recer, DDL argamassas e Tintas Sotinco. Um especial agradecimento à Revigrés pela rapidez, eficiência e profissionalismo em todos os contactos e pela total disponibilidade.

A toda a minha família, Mãe, Pai e irmão por todo o apoio antes e durante a realização do trabalho e à Sara por todo o tempo a que se viu privada da minha companhia e pelo apoio incondicional.

A todos os meus verdadeiros amigos... eles sabem quem são!

palavras-chave

Fachadas azulejadas, argamassas, cal, compatibilidade, durabilidade, reversibilidade, aderência.

resumo

O uso de azulejos como revestimentos exteriores nas fachadas portuguesas teve início no século XIX com a sua produção industrializada. Hoje em dia, muitas das fachadas do século XIX e início do século XX estão degradadas, com necessidade urgente de manutenção. Novas argamassas de ligação devem ser desenvolvidas para substituir as existentes. A compatibilidade com os materiais antigos e a durabilidade e reversibilidade das intervenções, devem ser respeitados.

O trabalho desenvolvido pretende ser um contributo para a preservação das fachadas azulejadas antigas, através do desenvolvimento de soluções que possibilitem a resolução de anomalias ao nível da aderência entre as argamassas e os azulejos antigos. Foram desenvolvidas argamassas com base em ligantes aéreos com diversas combinações de agregados, variações das condições humidimétricas dos azulejos e ensaios de aderência laboratoriais e *in-situ*, entre muitos outros.

As argamassas de cal aérea e areia provaram que têm características físicas, químicas e mecânicas adequadas para proporcionar a aderência adequada aos azulejos e aos suportes antigos. O mecanismo de aderência é influenciado pela penetração dos materiais finos da argamassa, apesar da diminuta profundidade de penetração. Os ensaios de durabilidade comprovaram que, apesar do lento desenvolvimento das características mecânicas, ainda mais verificado nestes casos, onde têm uma barreira física no contacto com a atmosfera, as argamassas proporcionam uma adequada capacidade de aderência e resistência das fachadas azulejadas como um todo.

Keywords

Tiled facades, mortars, lime, compatibility, durability, reversibility, adhesion.

Abstract

The use of tiles in Portuguese facade coatings began in 19th century with tiles industrialized production. Nowadays, many of 19th and beginning of 20th century facades are degraded, in urgent need of maintenance. New bonding mortars must be developed in order to substitute the existing ones. Compatibility with the old materials, durability and reversibility must be respected.

This work is intended to be a contribution to the preservation of old tile facades, through the development of solutions that allow the resolution of adhesion anomalies between mortars and old tiles in old tiled facades. Air binder based mortars have been developed with various combinations of aggregates, variations in the humidimetric conditions of the tiles and laboratory and in-situ adhesion tests, among many others.

Lime mortars have proven to have adequate physical, chemical and mechanical properties to provide adequate adhesion to old tiles and substrates. The adhesion mechanism is influenced by the penetration of the fine materials of the mortar, despite the small depth of penetration. The durability tests have shown that, despite the slow development of the mechanical characteristics, even more in these cases, where they have a physical barrier preventing direct contact with the atmosphere, the mortars provide an adequate adhesion and excellent resistance capacity of the tile facades as a whole.

Índice

Índice de Figuras	3
Índice de Tabelas	5
Parte I – Análise do conhecimento existente	7
1. Introdução	9
1.1. Enquadramento	9
1.2. Objetivos e metodologia de investigação	11
1.3. Organização do texto	12
2. Fachadas azulejadas antigas	17
2.1. Azulejo – definição e história	17
2.1.1. Península Ibérica e Portugal	17
2.1.2. Produção nacional	18
2.1.3. O corpo do azulejo	22
2.2. Argamassa	22
2.3. Suporte	25
3. Desenvolvimento de argamassas compatíveis	27
3.1. Ligante	28
3.1.1. Ligantes hidráulicos	29
3.1.1.1. Cal hidráulica	29
3.1.1.2. Cimento Portland	31
3.1.2. Ligantes aéreos – Cal aérea	31
3.2. Agregado	32
3.3. Água	33
3.4. Adjuvantes e aditivos ou adições	33
3.5. Influência do agregado	34
3.5.1. Forma	34
3.5.2. Origem	35
3.5.3. Granulometria	35
3.6. Influência dos processos de execução da argamassa	37
3.6.1. Compactação	37
3.6.2. Traço	37
3.6.3. Cura	38
3.7. Porosidade e características dos poros	38
3.8. Intervenções em edifícios antigos	40
3.8.1. Conservação dos materiais existentes	40
3.8.2. Degradação e intervenção	40
3.8.3. Requisitos das argamassas de substituição	42
3.8.3.1. Compatibilidade	42
3.8.3.2. Durabilidade	43
3.8.3.3. Reversibilidade	43
3.8.3.4. O uso do cimento	43
4. Estudo do fenómeno da aderência	45
4.1. Mecanismo de aderência argamassa/suporte	47
4.2. Propriedades do suporte	51
4.2.1. Porosidade e sucção de água	51
4.2.1.1. A estrutura porosa	51
4.2.1.2. Sucção de água	52
4.2.2. Relação porosidade-aderência	55
4.2.2.1. Absorção de água livre e relação sucção de água/ tensão de aderência	55
4.2.2.2. Relação entre a argamassa e os poros do suporte	58
4.2.2.3. Pré-tratamentos do suporte	61

4.2.2.3.1 Alteração humidimétrica	61
4.2.2.3.2. Outras alterações.....	63
4.2.3 Rugosidade	64
4.3 Influência das argamassas na aderência	65
4.3.1 Composição e materiais constituintes.....	65
4.3.1.1. Ligantes	65
4.3.1.2 Agregados.....	66
4.3.1.3 Água	67
4.3.1.4 Aditivos e adjuvantes - Pozolanas	68
4.3.2 Características.....	70
4.3.2.1 Traço.....	70
4.3.2.2 Trabalhabilidade	71
4.3.2.3 Teor de ar.....	71
4.4 Influência de fatores exteriores.....	72
4.4.1 Condições de aplicação e cura	72
4.4.2 Evolução da resistência de aderência	74
4.5 Análise microestrutural da interface argamassa/suporte.....	75
4.6. Enquadramento normativo	77
4.6.1. Disposições normativas e regulamentares para aplicação de argamassas de assentamento de azulejos.....	79
4.6.1.1. Norma de colas para ladrilhos – EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014).....	79
4.6.1.2. Regulamento Europeu para comercialização de produtos de construção	79
5. Referências bibliográficas	81
Parte II – Experimental part	95
6. Reapplication mortars for old tiles: characteristics of tiles and mortars and selection criteria	97
7. Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface.....	117
8. Adhesion of air lime based mortars to old tiles. Moisture and open porosity influence in tile/mortar interface	125
9. Air lime mortars for conservation of historic tiles: bond strength of new mortars to old tiles	141
10. Bond strength in mortar/ceramic tile interface - testing procedure and adequacy evaluation	161
11. Compatible air lime mortars for historical tiled facades – Bond strength versus tile/mortar interface microstructure.....	183
12. Bond strength to old tiles of natural hydraulic lime mortars – suitability of mortars, mechanical and mineralogical characterization.....	205
13. Durability of mortars for old tiled facades – Compatibility, diagnosis and accelerated aging	229
14. Conclusões.....	255
15. Trabalhos futuros.....	261

Índice de Figuras

Figura 1 - Fachada azulejada da cidade de Ovar com cercadura em todos os limites	21
Figura 2 - Representação de fachada azulejada	41
Figura 3 - Representação de fachada azulejada com problema de perda de coesão da argamassa de assentamento em um azulejo	41
Figura 4 - Representação de fachada azulejada com problema de perda de aderência da argamassa de assentamento em um azulejo	41
Figura 5 - Fachada azulejada com problema de perda de aderência da argamassa de assentamento	42
Figura 6 - Fachada azulejada com problema de perda de coesão da argamassa de assentamento	42
Figura 7 - Aplicação de cimento numa fachada azulejada antiga	44
Figura 8 - Anomalia provocada pelo uso de uma argamassas de ligante hidráulico no assentamento de um painel azulejar	44
Figura 9 - Aptidão de molhagem de uma superfície	49
Figura 10 - Equilíbrio de forças na molhagem de um sólido por um líquido	50
Figura 11 - Relação IRA/ resistência de aderência esperada pelos autores	57
Figura 12 - Relação IRA/ resistência de aderência obtida pelos autores	57
Figura 13 - Relação IRA/resistência de aderência	58
Figura 14 – Rotura adesiva pela interface azulejo/argamassa	62
Figura 15 - Evolução da resistência de aderência das argamassas	69
Figura 16 - Processos que afetam a resistência de aderência ao longo do tempo de cura	75

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Cronologia do fabrico e uso do azulejo em Portugal.....	19
Tabela 2 - Principais fábricas Portuguesas de azulejos da época semi-industrial/industrial.....	21
Tabela 3 - Intervalos de dimensões de poros capilares.....	52
Tabela 4 - Tensão de aderência argamassa/azulejo e características porosas dos azulejos	60
Tabela 5 - Coeficiente de absorção capilar dos pré-tratamentos e Resistência de aderência dos revestimentos de argamassa aplicados com os respetivos pré-tratamentos	64
Tabela 6 - Causas comuns dos defeitos devidos à mão de obra em fachadas azulejadas	73
Tabela 7 - Intervalos dos valores de aderência e tempos de cura indicados por normas em vigor.....	77

Parte I – Análise do conhecimento existente

1. Introdução

1.1. Enquadramento

A preservação do património histórico é um desígnio e uma preocupação atual da maioria das sociedades desenvolvidas. O parque edificado antigo que se tem hoje em dia, “conta a história” da evolução da construção, mas também da evolução cultural, arquitetónica e social da sociedade onde se insere o património. Nem sempre o paradigma de conservação foi o que se verifica nos tempos contemporâneos nos quais se vive, mas todas as mudanças e intrusões no património até aos dias de hoje, são também relevantes e fazem parte do ciclo evolutivo de cada edificado.

As fachadas azulejadas antigas portuguesas são o património visível e acessível pelo exterior mais específico e com maior extensão no nosso país. Estes ricos testemunhos arquitetónicos e socioculturais traduzem a evolução social do país, encerram neles próprios a história de técnicas e materiais usados ao longo dos anos, e por essas razões, são um bastião a preservar. Portugal, ao contrário de outros países com menos anos de história, os quais têm de criar património, tem uma história rica e um património vasto que apenas terá de ser conservado e/ou reabilitado. A conservação deste património tem resultados diretos e objetivos não só na preservação da identidade do país e das zonas onde se encontra, mas também no turismo que, mais do que nunca, procura locais históricos com elevado nível de autenticidade. As fachadas azulejadas antigas são excelentes exemplares que reúnem todas estas características.

As fachadas azulejadas antigas começaram a ser mais comuns a partir do início do séc. XIX, com o início da produção industrializada dos azulejos em Portugal. As fachadas começaram a ser cobertas com azulejos de padrão com as seguintes vantagens: 1) arquitetural - elementos arquiteturalmente ricos e distintos com uma multiplicidade de padrões que vinca a originalidade das fachadas; o aspeto visual e camaleónico das fachadas consoante a posição do observador, posição e movimentação de terceiros e orientação solar são características únicas das fachadas azulejadas; a sua capacidade refletora, proporciona características luminosas ímpares na sua envolvente ; 2) salubridade - os azulejos vidrados proporcionam uma limpeza fácil e rápida sendo a remoção de agentes de sujidade e biológicos mais facilitada; 3) manutenção - uma fachada azulejada com os azulejos bem aplicados e as juntas corretamente preenchidas dispensa manutenção durante muitos anos.

Grande parte das fachadas azulejadas antigas, muitas com mais de 100 anos, chegaram aos dias de hoje muito degradadas e necessitando de urgente manutenção. As intervenções nas fachadas azulejadas antigas devem ter em conta as características de todos os materiais envolvidos no sistema:

suporte, argamassa de reboco de regularização e de colagem e azulejos. As intervenções em fachadas azulejadas antigas devem ser abordadas segundo alguns critérios, diferentes dos usados nos edifícios novos, de modo a que não seja desprezado o importante valor que o edifício possa possuir. O presente trabalho aborda a problemática associada às argamassas de assentamento dos azulejos.

As anomalias verificadas nas argamassas das fachadas azulejadas antigas são maioritariamente de dois tipos: perda de coesão da argamassa e destaque na interface azulejo/argamassa por perda de aderência. Esta problemática leva a que tenham de ser reaplicados os azulejos antigos, ou caso não existam ou não estejam em condições de reutilização, réplicas. Nas (re)aplicações serão usadas novas argamassas onde as originais já não existem ou perderam as suas funções. O emprego de argamassas nas intervenções de conservação de edifícios antigos deve respeitar alguns requisitos como: compatibilidade, durabilidade e reversibilidade. As novas argamassas a aplicar devem apresentar compatibilidade física, química e mecânica com os materiais existentes de modo aos comportamentos dos materiais novos e existentes serem semelhantes. As intervenções devem ser duráveis para que não sejam necessárias novas intervenções a curto prazo. A reversibilidade nestes trabalhos é muito importante pois poderá existir a necessidade de reverter os trabalhos sem prejuízo da integridade dos materiais antigos.

As argamassas de assentamento antigas, encontradas nas fachadas, são na sua maioria argamassas de areia e cal aérea com traço volumétrico ligante/agregado (l/a) entre 1:2 e 1:3. Estas argamassas são muito diferentes das usadas hoje em dia para a colagem de revestimentos azulejares contemporâneos. As argamassas de ligantes hidráulicos, e os cimentos-cola com resinas, apresentam incompatibilidade química, física e mecânica em relação aos suportes e azulejos antigos. Em particular têm uma elevada rigidez, as suas aplicações são praticamente irreversíveis, dão origem à libertação de sais solúveis, são pouco permeáveis ao vapor de água e apresentam ainda uma menor vida útil em relação às argamassas de cal.

A aderência é uma característica muito importante das argamassas de colagem. As argamassas devem estar adequadamente aderentes para responderem às solicitações dos materiais envolvidos e aos fatores agressivos exteriores. Existe a necessidade de um aprofundamento do estudo do fenómeno de aderência das argamassas de ligantes aéreos com outros materiais: argamassas, suportes, revestimentos cerâmicos, etc. O estudo do fenómeno de aderência entre este tipo de argamassas e revestimentos azulejares não se encontra desenvolvido. Não estão disponíveis estudos com este tipo de materiais que possibilitem averiguar, segundo as características dos materiais envolvidos, quais as composições mais adequadas para (re)assentamento dos azulejos antigos, e que cumpram os requisitos de compatibilidade, durabilidade e reversibilidade exigíveis.

1.2. Objetivos e metodologia de investigação

O trabalho desenvolvido pretende ser um contributo para a preservação das fachadas azulejadas antigas, através do desenvolvimento de soluções que possibilitem a resolução de anomalias ao nível da aderência entre as argamassas e os azulejos antigos.

Os objetivos principais propostos com a realização do trabalho são contribuir para:

- Salvar a perfeita condição das fachadas azulejadas antigas, que constituem o património mais extenso do País.
- Desenvolver argamassas compatíveis com os materiais existentes, passíveis de ser usadas na conservação de fachadas azulejadas, assegurando para isso as condições de funcionalidade, durabilidade e reversibilidade exigíveis.

Estes objetivos implicam os seguintes objetivos parciais:

- Identificação das características que contribuem para o bom funcionamento do sistema suporte/argamassa/azulejo antigo e análise das anomalias causadoras da descolagem entre os azulejos antigos e as argamassas;
- Análise e tipificação do sistema construtivo e materiais das fachadas azulejadas antigas;
- Estabelecimento de relações entre anomalias causadas pelo mau comportamento dos materiais constituintes das fachadas;
- Desenvolvimento de soluções de intervenção que promovam o bom comportamento do sistema suporte/argamassa/azulejo com vista a obter uma aderência adequada entre a argamassa nova e os azulejos antigos.
- Desenvolvimento de argamassas adequadas a cada sistema de modo a reparar as anomalias existentes e obter uma adequada aderência argamassa/azulejo sem risco de degradação dos azulejos antigos.
- Estabelecimento de um critério indicativo dos valores de resistência de aderência azulejo/argamassa indicados para o (re)assentamento de azulejos antigos e/ou réplicas com argamassas novas.

Foi realizado um aprofundamento dos conhecimentos e pesquisa em artigos nacionais e internacionais, teses de Mestrado e Doutorado, fichas técnicas de novos produtos, comunicações em congressos e seminários, artigos em revistas e demais informações relevantes.

A pesquisa incide nos temas: caracterização de argamassas antigas de assentamento; argamassas usadas atualmente para assentamento; técnicas antigas e atuais de aplicação; metodologias de ensaio para a avaliação do seu desempenho; avaliação de condições de interface de materiais otimizadoras da aderência; características de argamassas com base em cal aérea em geral (nomeadamente de estrutura porosa e de aderência).

Foram selecionados e caracterizados os materiais a usar nas novas argamassas e foram determinadas as principais características das argamassas propostas.

Foram desenvolvidos ensaios de caracterização do sistema azulejo/argamassa. Foi estudado o mecanismo de aderência e os fatores que o influenciam. Foram estudados os fatores: tipo de azulejo, composição de argamassa e condições iniciais de humidade dos azulejos. Foi desenvolvido um ensaio novo e que permite avaliar a tensão de aderência de azulejos com argamassas de baixo poder aderente (argamassas com base em cal aérea).

Foram realizados conjuntos de ensaios de aderência *in-situ* em fachadas azulejadas antigas de modo a avaliar as gamas de valores de resistência de aderência correntes nessas fachadas.

Dois muretes de alvenaria de pedra e argamassa de cal, realizados com materiais e técnicas de construção semelhantes aos das paredes antigas, foram usados para neles aplicar sistemas azulejados. O murete interior já existia e o exterior foi construído propositadamente. A finalidade é avaliar o comportamento de fachadas azulejadas com azulejos antigos e réplicas de azulejos antigos aplicados com argamassas novas em: 1) Murete exterior – Condições atmosféricas exteriores; 2) Murete interior – Anomalias após envelhecimento artificial acelerado.

1.3. Organização do texto

Esta tese pretende não só ser um contributo que valorize e adicione valor e conhecimento à temática das fachadas azulejadas antigas, mas também um documento que alie a preponderância e o valor da tradição das fachadas azulejadas em todos os aspetos com uma abordagem moderna, direta e espontânea de apresentação e divulgação dos resultados. Estas foram as premissas que levaram à adoção da apresentação bilingue.

No entender do autor, uma tese que verse sobre fachadas azulejadas antigas, terá de ser apresentada na língua mãe, “falada” pelos azulejos das fachadas, respeitando não só a pegada patriótica que este património contempla, mas também vincando a autenticidade das nossas fachadas azulejadas exteriores, únicas a nível mundial.

A apetência de inovação, transfiguração, capacidade turística, e porque não, de modernidade, modernidade tradicionalista por certo, das fachadas azulejadas exteriores, levaram a que se procurasse uma forma de divulgação de resultados que proporcionasse uma visualização mais global e generalizada a nível nacional e internacional.

A tese está dividida em duas partes: parte 1 – fundamentação teórica, que contempla 5 capítulos; parte 2 – desenvolvimento experimental que é composta por 8 capítulos, sendo que os capítulos do desenvolvimento experimental, excetuando as conclusões e desenvolvimentos futuros, correspondem a artigos científicos em revistas internacionais, revistos por pares, na sua maioria já aceites e publicados. Os capítulos são descritos de seguida:

Parte 1: Fundamentação teórica – Esta é uma parte introdutória do trabalho com toda a fundamentação teórica necessária para o enquadramento do leitor na parte experimental.

Capítulo 1: Introdução – O capítulo 1 pretende introduzir o trabalho de forma a que o leitor se familiarize com os objetivos do trabalho e se enquadre nas temáticas estudadas e na estrutura do documento.

Capítulo 2: Fachadas azulejadas antigas – O capítulo 2 pretende ser um enquadramento no tipo de materiais envolvido nas fachadas azulejadas. É realizado um levantamento histórico do material azulejo e em particular do azulejo português. Os três materiais dos quais uma fachada azulejada é geralmente composta são abordados: azulejo, argamassa e suporte.

Capítulo 3: Desenvolvimento de argamassas compatíveis – O capítulo 3 aborda a temática das argamassas no que diz respeito a materiais constituintes, influência dos mesmos e dos processos de realização e cura das argamassas e das características das argamassas julgadas mais importantes no âmbito deste trabalho. São também abordados o tema da intervenção em edifícios antigos, os requisitos das argamassas de substituição a nível de compatibilidade, durabilidade e reversibilidade e a inadequabilidade das argamassas cimentícias e cimentos-cola contemporâneos para os trabalhos de conservação.

Capítulo 4: Estudo do fenómeno da aderência – O capítulo 4 versa a temática do fenómeno da aderência. São estudadas as teorias da aderência interfacial e o mecanismo de aderência

argamassa/suporte. O estudo das propriedades do suporte, relacionadas com as características porosas e de absorção de água do material, permite avaliar diferentes comportamentos segundo estas características. A influência da mistura da argamassa na sua capacidade aderente é avaliada segundo os seus materiais constituintes e as suas propriedades. Este capítulo aborda também a influência de fatores exteriores na aderência e faz uma compilação dos estudos sobre a análise microestrutural na interface argamassa/suporte. É realizado um enquadramento normativo para este tipo de argamassas e materiais envolvidos.

Capítulo 5: Bibliografia – Este capítulo corresponde às referências bibliográficas da parte 1 do trabalho.

Parte 2: *Experimental part* – A parte experimental do trabalho é constituída por artigos científicos, capítulos 6-13, na sua maioria aceites e publicados em artigos de revistas internacionais revistos por pares. A formatação deste capítulo respeita as regras de cada revista com ligeira adaptação de formato por forma a homogeneizar o documento. Cada capítulo, correspondente a um artigo, pode ler-se de forma independente em relação à Tese na sua globalidade. O capítulo 14 apresenta as conclusões e desenvolvimentos futuros.

Capítulo 6: *Reapplication mortars for old tiles: characteristics of tiles and mortars and selection criteria*. O artigo analisa a estrutura porosa dos azulejos do século XIX. Neste artigo, os azulejos novos simulam os azulejos antigos servindo para ensaios iniciais. Foram realizados ensaios de sucção no sistema azulejo/argamassa. Foram ensaiadas várias composições de argamassas, e aplicadas em dois tipos diferentes de azulejos por forma a entender a influência de alguns fatores da composição das argamassas no seu comportamento: granulometria do agregado, rácio ligante/agregado e quantidade de água de amassadura. Este artigo, tal como o próximo, define os principais critérios a usar na seleção das argamassas a utilizar.

Capítulo 7: *Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface*. Este artigo aborda principalmente o ensaio de sucção desenvolvido por forma a avaliar a penetração inicial de água e partículas finas nos azulejos. É pormenorizado o esquema de montagem usado e tiradas conclusões acerca das características absorventes dos dois principais tipos de azulejos contemporâneos.

Capítulo 8: *Adhesion of air lime based mortars to old tiles. Moisture and open porosity influence in tile/mortar interface*. O artigo determina a influência do teor de humidade da interface azulejo/argamassa na tensão de aderência com as argamassas. Os azulejos novos e antigos do século XIX foram caracterizados em termos de absorção de água e características porosas. O teor de

humidade dos azulejos, a granulometria dos agregados e a relação ligante/agregado das argamassas foram variados. As condições secas, húmidas (1s em imersão em água) e imersas (em água durante 24h) foram usadas para a aplicação de argamassa e ensaio de tensão de aderência. Novos azulejos com características porosas semelhantes aos azulejos do século XIX foram utilizados de modo a evitar ensaios destrutivos em azulejos antigos. Este artigo mostra que a estrutura porosa dos azulejos influencia de forma determinante as suas características de absorção e, por conseguinte, tem muita influência na aderência com as argamassas.

Capítulo 9: *Air lime mortars for conservation of historic tiles: bond strength of new mortars to old tiles*. O artigo estuda a tensão de aderência entre as argamassas desenvolvidas e azulejos antigos. Foi avaliada a tensão de aderência azulejo/argamassa e a sua relação com os diferentes fatores que se fizeram variar: o teor de humidade de azulejos, granulometria do agregado na argamassa, relação ligante/agregado, diferentes azulejos cerâmicos, absorção de água e as características porosas de azulejos antigos e argamassas novas desenvolvidas. Foram realizados ensaios com 6 diferentes azulejos antigos e ainda ensaios *in-situ* em fachadas azulejadas antigas. Este artigo comprova que as argamassas selecionadas com base nas aplicações de azulejos novos, são adequadas também para azulejos antigos.

Capítulo 10: *Bond strength in mortar/ceramic tile interface - testing procedure and adequacy evaluation*. Este artigo aborda o novo ensaio de aderência desenvolvido no decurso desta tese. A justificativa do tema é acompanhada com fundamentação teórica e prática da inadequação dos ensaios convencionais, direcionados para outro tipo de materiais, aos materiais usados. Este trabalho faz um levantamento de outros estudos com coincidentes objetivos e compara a eficácia dos métodos de ensaio de aderência. Finalmente, é apresentada uma exaustiva campanha de ensaios que comprova e eficácia do novo método.

Capítulo 11: *Compatible air lime mortars for historical tiled facades – Bond strength versus tile/mortar interface microstructure*. Este artigo determina a tensão de aderência dos azulejos com 4 argamassas de cal aérea e areia siliciosa. A avaliação da tensão de aderência é complementada com uma análise microestrutural da interface azulejo/argamassa por microscopia eletrônica de varrimento. A campanha experimental contemplou azulejos antigos e réplicas. As argamassas de cal foram caracterizadas pela sua resistência mecânica (resistência à flexão, resistência à compressão e módulo dinâmico de elasticidade) e características relacionadas com o transporte de água (porosidade aberta, valor assintótico da absorção capilar, coeficiente de capilaridade e retenção de água). Este trabalho verifica também a influência sobre a aderência do teor de humidade dos azulejos, granulometria da areia usada e uso de metacaulino como substituição parcial da cal. Este artigo

apresenta conclusões muito importantes respeitantes à microestrutura azulejo/argamassa e o mecanismo de aderência de argamassas de cal com os azulejos antigos.

Capítulo 12: *Bond strength to old tiles of natural hydraulic lime mortars – suitability of mortars, mechanical and mineralogical characterization*. O artigo avalia a adequabilidade do uso de argamassas de cal hidráulica natural NHL 3,5 na reaplicação de azulejos antigos e aplicação de réplicas em fachadas azulejadas antigas. Foram desenvolvidas diferentes misturas de argamassas, variando a natureza dos agregados. As argamassas foram aplicadas em 5 amostras diferentes de azulejos, incluindo 2 antigos. Todas as misturas e materiais utilizados foram caracterizados mecanicamente e quimicamente. Para verificar a compatibilidade de novas argamassas com alvenarias antigas, realizou-se um ensaio de tensão de aderência, aplicando todas as misturas num murete de ensaios antigo com reboco de argamassa aérea. Todas as aplicações laboratoriais e *in-situ* foram realizadas com técnicas de aplicações antigas similares às usadas nas aplicações das fachadas azulejadas antigas. Este artigo define as melhores composições de argamassas com base em Cal Hidráulica Natural a usar em reassentamento de azulejos antigos e assentamento de réplicas.

Capítulo 13: *Durability of mortars for old tiled facades – Compatibility, diagnosis and accelerated aging*. Este artigo estuda as características porosas e mecânicas das argamassas desenvolvidas laboratorialmente e as características de aderência das argamassas de cal, aérea e hidráulica natural, em ambiente de laboratório, condições de cura natural e cura acelerada. O desempenho de aderência e durabilidade do sistema suporte/argamassa/azulejo foi avaliada, tanto em ensaios em condições atmosféricas exteriores, como em ensaios de ciclos de envelhecimento acelerados de sol/chuva e chuva/gelo. A técnica de termografia por infravermelhos (IRT) foi utilizada com o objetivo de deteção de anomalias em fachadas pelo seu comportamento diferente em relação à transferência de calor. Este artigo define as melhores composições de argamassas a usar em reassentamento de azulejos antigo e assentamento de réplicas. Este artigo assume especial relevância pois vem confirmar a resistência do conjunto fachada azulejada, tanto a curto como a longo prazo, em condições naturais e severas de envelhecimento.

Capítulo 14: Conclusões e desenvolvimento futuros – Neste capítulo são agrupadas as conclusões de todos os capítulos do desenvolvimento experimental e será realizada uma análise conjugada e global de todas essas conclusões. São sugeridas vias de desenvolvimento, consideradas pertinentes, no seguimento deste trabalho, mas também em trabalhos de temas análogos que surgiram no decorrer dos trabalhos desenvolvidos no âmbito desta tese.

2. Fachadas azulejadas antigas

2.1. Azulejo – definição e história

O azulejo é um material de construção e/ou elemento decorativo composto por duas partes com materiais distintos: corpo cerâmico e vidrado. Os azulejos podem ser diferenciados pelo tipo e características da parte cerâmica e pelo tipo e elementos decorativos do vidrado. O vidrado proporciona características únicas ao azulejo, a vários níveis: construtivo – impermeabilidade, pouca manutenção e durabilidade; estético – multiplicidade estética, pictórica e propriedades “camaleónicas” em termos de reflexão de luz, apresentando aspetos diferentes consoante o ambiente exterior verificado; salubridade – fácil limpeza e higiene.

A palavra azulejo é de origem árabe e deriva da palavra azzelij (ou al zuleycha, al zuléija, al zulaco) que significa pedra lisa e polida, termo usado para designar o mosaico bizantino na região da Mesopotâmia antes de Cristo (Valente 2008, Martins 2010, Cajado 2016).

O povo árabe trouxe a arte do azulejo para Espanha quando ocupou a Península Ibérica no século (séc.) VIII, e a partir dessa época o material foi propagado por toda a Europa. As peças azulejares julgadas mais antigas, de uma data estimada de há 5 mil anos antes de cristo, foram encontradas em escavações no Egito. Na antiguidade, já eram usados materiais similares aos azulejos no revestimento de paredes. Em algumas edificações Egípcias e Mesopotâmicas, estudadas pela arqueologia moderna, foram identificados revestimentos de paredes com pinturas, baixos relevos e tijolos coloridos vidrados (Corrêa 2011).

2.1.1. Península Ibérica e Portugal

Desde as invasões muçulmanas da Península Ibérica no séc. VIII, a Espanha, por razão de conhecimento trazido pelos povos árabes, tornou-se o principal polo produtor de azulejos na península Ibérica e na Europa até ao séc. XV. Sevilha, na região da Andaluzia, assumiu-se na época, como o maior centro de produção de azulejaria Hispano-Mourisca (Corrêa 2011).

O uso de azulejos como revestimentos de paredes em Portugal teve início no séc. XV por intermédio do Rei D. Manuel. O Rei, depois de uma viagem a Espanha, importou azulejos Hispano-Mouriscos para decorar a sua residência, o Palácio Nacional de Sintra, de forma similar à que se fazia em Espanha. Portugal, até finais do séc. XVI importou a maioria dos azulejos de Espanha. A partir dessa época, foram criadas as primeiras oficinas de azulejaria em Portugal.

Existiram várias técnicas de fabrico de azulejos que chegaram a Portugal depois do séc. XV (Azulejo, Museu Nacional do Azulejo 2017, Costa 2013):

- Alicatado – é a técnica mais antiga. O corpo cerâmico era moldado manualmente e cada azulejo era monocromático. As formas geométricas traduzidas nas paredes eram garantidas pelo posicionamento agrupado dos diferentes azulejos de várias cores, cortados, com diferentes tamanhos e formas geométricas;

- Corda seca – marcação dos motivos decorativos com corda embebida em óxido de manganês e óleo de linhaça, nas placas de argila ainda húmidas, de modo a evitar a mistura entre esmaltes na fase da pintura e na segunda cozedura;

- Aresta – a separação das cores era feita através de pequenas arestas, devidas à pressão do negativo do padrão (molde metálico ou de madeira) na argila ainda macia. Em Portugal, esta técnica foi usada de uma forma mais criativa, sendo criado um padrão em folha com relevo.

- Majólica – técnica desenvolvida por ceramistas italianos. A pintura sobre os finos vidrados brancos passa a ser possível com cores metálicas, sem necessidade do uso de separadores físicos entre as cores. A partir desta época foram desenvolvidas imagens narrativas coloridas, aproximando-se a azulejaria da pintura.

- Azulejos semi-industriais – foi na Inglaterra, em 1835, que se iniciou a passagem do fabrico artesanal de azulejos para o semi-industrial e industrial. A inovação da prensagem mecânica permitiu dar o passo que faltava para uma produção em série. Esta técnica permitia o fabrico de azulejos mais finos e a introdução na chacota do nome da fábrica onde tinham sido produzidos. Alguns anos mais tarde, com a introdução da máquina a vapor no processo de prensagem, a produção pôde tornar-se massiva e o custo dos azulejos foi reduzido.

2.1.2. Produção nacional

A produção Portuguesa de azulejos iniciou-se em meados do séc. XVI, com as primeiras oficinas a usarem a técnica majólica. O principal acontecimento impulsionador do uso do azulejo em Portugal foi o Terramoto de 1755. Após a catástrofe, e acontecimentos consequentes, como o maremoto e os incêndios, ter destruído grande parte da cidade de Lisboa, Marquês de Pombal impulsionou o uso do azulejo, tentando também racionalizar a sua produção através de processos semi-industriais. A tabela 1 mostra um resumo da evolução das técnicas e estilos conjugados com dados históricos da azulejaria em Portugal.

Tabela 1 - Cronologia do fabrico e uso do azulejo em Portugal (Azulejo 2017)

Época	Dados Históricos	Técnicas
<p>Finais do séc. XV/Inícios do séc. XVI</p>	<p>D. Manuel encomenda azulejos de Sevilha para decorar o Palácio Nacional de Sintra. A azulejaria Sevilhana é amplamente usada em Portugal.</p>	<p>Aresta</p> <p>Esgrafitado: utilização de estilete ou prego para gravação dos motivos decorativos sobre azulejo de esmalte escuro. O corpo cerâmico fica a descoberto.</p> <p>Relevo: marcação de motivos na chacota recorrendo a moldes de madeira ou metal</p>
<p>Séc. XVI (1ª metade)</p>	<p>Início da produção de azulejos em Portugal. Importação de azulejos de caixilho (composição de xadrez e enxaquetadas) a Espanha.</p>	<p>Majólica</p>
<p>Séc. XVI (2ª metade)</p>	<p>Implantação definitiva das técnicas da majólica. Grande atividade dos centros cerâmicos portugueses</p>	
<p>Séc. XVII (1ª metade)</p>	<p>Aumento da produção nacional: Lisboa como maior centro cerâmico nacional.</p>	<p>Cores mais usadas: azul-cobalto e amarelo sobre branco. Também o castanho-alaranjado (óxido de ferro); verde azeitona e tons acastanhados e arroxeados (óxido de manganês). Contornos a azul-cobalto.</p>
<p>Séc. XVII (2ª metade)</p>		<p>Paleta mais rica e variada: recurso a verdes (cobre e crómio) e à pintura com manganês (tonalidade roxa, chamada «cor de vinho»). Substituição dos contornos a azul-cobalto pelo negro-manganês.</p>
<p>Finais do séc. XVII e inícios do séc. XVIII</p>	<p>Ciclo dos Mestres</p>	<p>Grandes painéis a azul e branco: influência da porcelana chinesa de importação.</p>
<p>1755-1780</p>	<p>Período pós-terramoto. Crise económica e necessidade de reconstrução de Lisboa.</p>	<p>Azulejaria pombalina – painéis historiados; composições ornamentais; incremento da padronagem.</p>
<p>1780-1808</p>	<p>Período D. Maria</p>	<p>Combinação de técnicas industriais e artesanais. Estampilhagem: pintura à</p>

Séc. XIX	Utilização de azulejos nas fachadas: criação de novas fábricas em três núcleos: Lisboa, Porto e Aveiro – responsáveis pela produção intensiva do azulejo.	trincha, através de recortes de papel encerado aplicado sobre o vidrado do azulejo. Prensagem mecânica (meio relevo): barro prensado através de molde e contramolde.
Séc. XX	Generalização do uso dos azulejos em estações de caminhos-de-ferro; mercados; lojas, habitações... Novas propostas estéticas: azulejo integrado em modernos projetos de arquitetura e de urbanismo.	Arte Nova Arte Déco

Em finais do séc. XIX as técnicas industrializadas de produção foram introduzidas em Portugal. Os azulejos deixaram de ser produzidos manualmente e o corpo cerâmico passou a ser prensado mecanicamente, fazendo com que os azulejos pudessem ser mais finos e que o molde deixasse a marca física do produtor em cada peça. Nos primeiros tempos desse tipo de produção, a prensagem era realizada com prensas manuais, mas com o aparecimento da máquina a vapor a prensagem passou a ser completamente mecânica (Costa 2013).

Os azulejos das diversas fábricas a laborar no séc. XIX estão espalhados por imensas fachadas no nosso país, não se circunscrevendo no seu uso apenas à sua região geográfica circundante. A causa desta dispersão, e das variadas diferenças entre fábricas, faz com que não seja fácil a caracterização e padronização das fachadas desta época. Os azulejos que compõem as fachadas desta época são de padrão e têm maioritariamente 140x140 mm de área. A maioria das fachadas tem uma “cercadura¹” com azulejos com cerca de 140x70 mm de área. A figura 1 mostra uma fachada na cidade de Ovar com estas características.

¹ - “Cercadura” é a moldura que engloba os azulejos de padrão. A cercadura existe junto aos elementos estruturais laterais, topo da parede e soco do edifício.



Figura 1 - Fachada azulejada da cidade de Ovar com cercadura em todos os limites

Algumas das fábricas Portuguesas mais importantes, tomando em consideração a época de produção, dimensão e outros aspetos relevantes, são apresentadas na tabela 2 (Ferreira 2009, Costa 2013).

Tabela 2 - Principais fábricas Portuguesas de azulejos da época semi-industrial/industrial

Época de laboração	Nome da fábrica
1741 à atualidade	Sant'Anna (Lisboa)
1766 a 1920	Massarelos (Porto)
1784 a 1930	Santo António Vale Piedade (Porto)
1832 a 1930	Roseira (Lisboa)
1840 a 1985	Carvalhinho (Porto)
1849 à atualidade	Viúva Lamego (Lisboa)
1850 a 1994	Sacavém (Lisboa)
1865 a 1980	A. A. Costa (Devesas) (Porto)
1884 a 1969	José Pereira Valente (Porto)
1905 à atualidade	Aleluia (Aveiro)

2.1.3. O corpo do azulejo

Por definição, azulejo é um “ladrilho vidrado por um lado, com desenhos e cores variadas, que se usa para cobrir superfícies” (Priberam 2017). O azulejo é constituído por uma parte cerâmica (chacota) e por uma parte vidrada (vidrado).

Existem dois tipos de corpos cerâmicos na maioria dos azulejos semi-industriais/industriais aplicados em fachadas exteriores: cerâmica calcítica e pó de pedra. Costa (2013) analisou as composições de 26 azulejos pertencentes a esta época e chegou a algumas conclusões interessantes. Os corpos de cerâmica calcítica, em maior número, apresentam uma composição cristalina complexa, mas constante: quartzo, mulita, anortite, gehlenite, diópsido e calcite. Em alguns casos aparecem ainda fases cristalinas de portlandite e hematite. Esta estrutura complexa faz crer que provavelmente era usada argila caulínica (ou mistura de argila, nomeadamente caulino), areia quartzosa, calcite e talco, contendo por vezes contaminações de cerca de 4 % de óxido de ferro. Os corpos cerâmicos de pó de pedra têm uma composição cristalina mais simples: quartzo, mulita e cristobalite. O corpo cerâmico dos azulejos de pó de pedra possui poros maiores e uma porosidade geral inferior em relação aos azulejos calcíticos. Estas diferenças mostram que são muito diferentes dos azulejos calcíticos não só na sua composição mineralógica, mas também na sua porosidade, que influencia o seu comportamento com a água. Para além desta distinção entre chacotas, Costa (2013) verificou ainda algumas diferenças entre azulejos de pasta branca de diferentes fábricas, Sacavém e João Pereira Valente.

Os vidrados dos azulejos desta época, segundo a mesma autora, são de chumbo, transparentes ou opacos, com espessura entre 200 µm e 450 µm. Todos os vidrados estudados apresentavam microfissuras.

2.2. Argamassa

Em finais do séc. XIX as argamassas usadas para o assentamento de azulejos eram argamassas de cal aérea e areia, geralmente de traço volumétrico l/a de 1:1 a 1:4 (Segurado sem data).

Em Ovar, local onde decorrem alguns estudos em fachadas azulejadas do séc. XIX, são recolhidos, recuperados e reaplicados muitos dos azulejos que apresentam problemas com a argamassa de assentamento das fachadas azulejadas antigas, num contexto de conservação da identidade edificada e cultural da região. Dos estudos realizados às argamassas encontradas nas fachadas azulejadas antigas, quanto à sua constituição, destaca-se o trabalho de Ferreira (2008). A autora realizou um estudo intensivo sobre as fachadas azulejadas oitocentistas de Ovar onde caracterizou as argamassas

de assentamento dos azulejos. Mariz Ferreira (2009) fez também uma caracterização das argamassas encontradas nas fachadas azulejadas, desta feita na cidade do Porto.

a) Análise macroscópica

- Cor:

Mariz Ferreira (2009) refere que a cor das argamassas indica principalmente o conteúdo de ferro, vindo da cal (ligante de origem) ou dos agregados usados na sua composição. O autor refere, ainda, que no caso Portuense, existe a possibilidade de as cores mais esbranquiçadas corresponderem a argamassas aplicadas mais recentemente, no séc. XX.

No caso das fachadas da cidade de Ovar, existem argamassas predominantemente com dois tipos de coloração – amarela e vermelha. A separação no estudo das argamassas por estas duas cores foi realizada por forma a ser verificado se esta característica era indicativa da composição e determinante de alguma alteração no comportamento da argamassa (Ferreira 2008).

- Natureza:

As argamassas originais de assentamento de azulejos antigos pertencentes a fachadas do séc. XIX são de ligante aéreo (Carasek, et al. 2014, Andrejkovicová, et al. 2012). Contudo nas intervenções na fachada ao longo do séc. XX, o material de aplicação e preenchimento de juntas entre azulejos e das lacunas existentes foi muitas vezes o cimento (Mariz Ferreira 2009). Entre a alvenaria e o azulejo, existe, na maioria das vezes, 1 ou duas camadas de argamassa. O motivo da escolha do número de camadas e do uso de uma primeira camada de regularização (emboço) deverá estar relacionado com a necessidade de correção da irregularidade do suporte e/ou elevada espessura a preencher, pois os suportes antigos eram muito irregulares. Na maioria das situações encontradas nas fachadas do Porto, Mariz Ferreira (2009) reporta o uso de 2 camadas quando a espessura da argamassa é superior a 35mm e 1 ou 2 camadas quando a espessura é inferior a 35 mm. A média de espessura das argamassas encontradas nas fachadas da cidade do Porto é entre 25-30 mm.

A maioria das argamassas apresenta uma aparência compacta e bom estado de conservação. A maior parte das argamassas apresenta uma boa aderência com outras argamassas; porém, a aderência com a chacota do azulejo, em algumas situações, não é satisfatória. São observados pequenos nódulos de cal e agregados de tamanho médio e grosso de grãos subarredondados.

b) Granulometria

Os agregados das fachadas estudadas por Mariz Ferreira (2009) apresentam uma curva granulométrica contínua e o seu fuso médio nas diferentes amostras é de 0,71 mm. Os agregados

usados são predominantemente constituídos por grãos finos e a percentagem de grãos de dimensão superior a 5 mm é muito baixa. O autor enuncia que os agregados de maiores dimensões apresentam esfericidade e arredondamento médios.

As fachadas de Ovar apresentam características granulométricas diferentes das anteriores. As amostras são constituídas por uma elevada percentagem de material arenoso (80 a 100%) em relação ao material siltoso e argiloso. Os agregados são compostos, maioritariamente, por grãos de dimensões compreendidas entre 0,5-2 mm. Apesar dos dados das argamassas serem tratados como médias, são verificadas significativas variações na granulometria dos agregados de entre as várias composições estudadas (Ferreira 2008). Andrejkovicová et al. (2012) refere que a dimensão média de grão das diferentes amostras estudadas de argamassas de Ovar é de 0,5 mm, com os grãos de maior dimensão entre 2-8 mm. A autora refere que a maioria dos agregados usados nas fachadas estudadas eram constituídas por grãos finos.

c) Análise química e mineralógica

Os minerais mais abundantes nas amostras de argamassa estudadas são o quartzo e a calcite. Ensaio por difração de raios X indicam que foram maioritariamente usados agregados siliciosos e que o ligante usado foi cal aérea (Andrejkovicová, et al. 2012, Cajado 2016, Corrêa 2011, Mariz Ferreira 2009, Ferreira 2008, Carasek, et al. 2014). Foram identificados materiais argilosos sob a forma de illite e caulinite (Andrejkovicová, et al. 2012, M. I. Ferreira 2008). A presença destes materiais é atribuída ao uso de saibro na composição das argamassas. Foram ainda encontrados vestígios de alguns sais (anidrite e halite) mas em quantidades diminutas. Os estudos supracitados foram realizados sobre materiais de fachadas azulejadas Portuguesas.

As análises termogravimétricas e calorimétricas realizadas por Isabel Ferreira (Ferreira 2008) revelam resultados de traço volumétrico l/a de 1:1 a 1:2. O trabalho alerta para o facto de este resultado ser aproximado, uma vez que o envelhecimento das argamassas implica uma perda de material fino, maioritariamente do ligante, sendo portanto possível que, originalmente, as argamassas fossem mais ricas em cal. Os ensaios realizados revelam indícios de que a cal não se encontra completamente carbonatada, portanto o seu endurecimento ainda não está completamente consumado; para estes resultados podem contribuir o excesso de humidade presente na argamassa e a localização da argamassa que, protegida pelo azulejo, vê restringida a entrada no seu interior de dióxido de carbono, agente essencial à carbonatação do ligante cal aérea.

Mariz Ferreira (2009), por ensaios de fração solúvel por dissolução ácida, obteve valores aproximados de traço ligante agregado em massa na sua maioria entre 1:4 e 1:7 que correspondem aproximadamente a traços volumétricos entre 1:1,5 e 1:2,5.

2.3. Suporte

O azulejo começou a ser aplicado em fachadas exteriores a partir de meados do séc. XIX em edifícios recém-construídos e em edifícios de construção anterior, fazendo corresponder estas aplicações a alterações estéticas ou funcionais. Os edifícios desta época eram maioritariamente construídos em alvenaria simples de pedra. Era usado predominantemente o granito na cidade do Porto, o xisto na cidade de Ovar (Mariz Ferreira 2009, Ferreira 2008) e o calcário em Lisboa. Em regiões onde existia escassez de pedra eram usados outros sistemas construtivos como a alvenaria de adobe e a taipa. As paredes caracterizavam-se pelo uso de materiais mais porosos e deformáveis em relação aos materiais contemporâneos e desempenhavam a sua função resistente e de proteção por via da sua espessura. Os materiais usados eram os existentes nas proximidades da construção, com exceção aos considerados imprescindíveis e que se teriam de trazer de mais longe. As argamassas de alvenaria eram constituídas por cal e areia com teores variáveis de argila.

3. Desenvolvimento de argamassas compatíveis

Uma argamassa é um material resultante de uma mistura de um ou mais ligantes, agregados (finos), água e, possivelmente, aditivos e adjuvantes com a finalidade de melhorar as suas propriedades. As argamassas são desenvolvidas para cumprir as funções para as quais forem criadas, nomeadamente as mais comuns como o assentamento de alvenarias e de outros materiais, regularização e impermeabilização de superfícies e o revestimento de elementos (colunas, paredes, fachadas, ...).

As argamassas podem ser classificadas segundo a sua consistência, dosagem, produção e principalmente segundo a natureza do(s) ligante(s), pois são os ligantes que maioritariamente influenciam o seu comportamento geral. Geralmente, as argamassas para trabalhos em edifícios contemporâneos ou de conservação e reabilitação são divididas em três grupos:

- Argamassas de cimento;
- Argamassas de cal;
- Argamassas bastardas.

As argamassas de cal podem ainda ser subdivididas em dois grupos (segundo o tipo de ligante):

- Argamassas de cal aérea: são constituídas maioritariamente por hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2);
- Argamassas de cal com propriedades hidráulicas: são constituídas maioritariamente por silicatos de cálcio, aluminatos de cálcio e Ca(OH)_2 .

A principal diferença entre a cal aérea e a cal hidráulica natural está nos compostos que, por sua vez, dão naturalmente origem a reações distintas com a água e, por esta via, a diferentes propriedades físicas, químicas e mecânicas do material endurecido.

As principais características e propriedades das argamassas de cal aérea são: boa capacidade de deformação, baixas resistências mecânicas, alta absorção capilar e alta permeabilidade ao vapor de água (Botas 2009).

Recorrendo a uma explicação simplificada, o processo de endurecimento das pastas à base de cimento consiste em: na presença de água os silicatos e os aluminatos formam uma pasta constituída principalmente por silicatos e aluminatos hidratados e hidróxido de cálcio (chama-se pasta pois não

tem agregados). As principais características de uma argamassa de cimento são: elevadas resistências mecânicas, baixa absorção capilar e baixa permeabilidade ao vapor de água.

Nas argamassas bastardas os ligantes são uma mistura de aéreo(s) e hidráulico(s). Geralmente têm características intermédias entre as argamassas de apenas um tipo de ligante.

3.1. Ligante

Um ligante é um material com a propriedade de aglomerar uma proporção significativa de materiais agregados, como areia, conferindo ao conjunto (argamassa) coesão e resistência.

Os ligantes são classificados na bibliografia existente de diferentes formas por diferentes autores. Sousa Coutinho (A. d. Coutinho 1997) divide-os em três categorias: hidráulicos, aéreos e orgânicos. Quanto à origem pode-se classificar os ligantes como orgânicos, minerais ou sintéticos. Joana Coutinho (J. S. Coutinho 2006) baseia a sua classificação de acordo com a afinidade com a água, dividindo os ligantes em hidrófilos e hidrófobos.

No contexto deste trabalho interessa abordar os ligantes hidrófilos de origem mineral, já que são estes os usados ao longo de toda a investigação.

Os ligantes hidrófilos de origem mineral são ligantes constituídos genericamente por pós finos. Ao serem misturados com água, formam uma pasta com capacidade de aglomerar partículas, que faz presa e posteriormente endurece. Os ligantes hidrófilos podem dividir-se em dois grupos: hidráulicos e aéreos. Dentro dos hidráulicos abordar-se-ão a cal hidráulica natural e o cimento Portland e dentro dos aéreos a cal aérea calcítica.

O calcário e a argila são os compostos comuns dos ligantes minerais. Estes ligantes podem ser obtidos natural ou artificialmente. Os ligantes são classificados como naturais quando são obtidos através de pedras calcárias com determinado teor de argila, sendo que, até chegar ao produto final, não é adicionado qualquer composto; são classificados como artificiais quando resultam da mistura de vários materiais, podendo a argila e o calcário ser provenientes de locais distintos, e neste caso, a mistura não ocorre na natureza (Botas 2009).

O teor em argila associado à rocha calcária é o fator que permite distinguir os vários tipos de ligantes naturais. Os teores médios em argila dos ligantes são: <5% - cal aérea; >5% e <20% - cal hidráulica natural; >20% e <40% - cimento (Botas 2009, J. S. Coutinho 2006, A. d. Coutinho 1997, CEN 2015).

O cimento Portland é um ligante artificial obtido através de uma mistura proporcionada de calcário, argila e, eventualmente, outras substâncias apropriadas (CEN 2001, Botas 2009, J. S. Coutinho 2006).

3.1.1. Ligantes hidráulicos

3.1.1.1. Cal hidráulica

Segundo a NP EN 459-1:2015 (CEN 2015): “A cal com propriedades hidráulicas, quando apropriadamente doseada e misturada com agregados e com água, produz uma argamassa ou um betão que retém a sua trabalhabilidade durante certo tempo e, após predeterminados períodos, atinge uma resistência especificada e estabilidade volumétrica a longo prazo.”

A matéria-prima da cal hidráulica natural é, como dito anteriormente, rocha calcária com teores de argila entre 5 e 20 %, frequentemente denominados por calcários margosos. Este tipo de rocha, quando tratado termicamente a cerca de 1200-1500 °C dá origem a cal hidráulica.

A cal hidráulica natural é constituída por silicatos (SiO_2 , 2CaO) e aluminatos de cálcio (Al_2O_3 , CaO) que endurecem na água ou ao ar e também por hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) – no mínimo 3 %, que continua livre e vai endurecer por carbonatação (Hansen, Rodríguez-Navarro e Balen 2008, Lanás, Bernal, *et al.* 2004).

O processo de cozedura do calcário margoso é constituído pelas seguintes fases:

- 500-700 °C: desidratação da argila;
- 850 °C: decomposição do calcário;
- 1000-1100 °C: reação da sílica e da alumina da argila com o óxido de cálcio, originando silicatos e aluminatos de cálcio.

Depois da cozedura obtêm-se pedaços de várias dimensões constituídos pela mistura de aluminatos e silicatos de cálcio, cal livre e ainda um pó inerte formado pela pulverização durante o arrefecimento: silicato bicálcico (J. S. Coutinho 2006). A cal retirada do forno deve ser extinta de modo a eliminar a cal viva e provocar a pulverização de toda a cal hidráulica. Depois de extinta retiram-se os grãos não-cozidos. Os grãos cozidos são moídos e juntos ao restante pó, mistura que assume então a designação de cal hidráulica (A. d. Coutinho 1997, Lanás, Bernal, *et al.* 2004).

A principal diferença na produção entre a cal hidráulica natural e o cimento natural é a temperatura de queima. Quando as pedras calcárias contendo sílica e argila são queimadas, as argilas decompõem-se entre os 500 °C e os 700 °C e combinam-se com alguma cal, formando silicatos e aluminatos. A temperatura máxima de queima para a cal hidráulica natural é 1100 °C, enquanto que o cimento excede temperaturas acima de 1400°C, e são formados outros compostos. Na cal hidráulica natural uma certa quantidade de óxido de cálcio (CaO) fica livre que se converterá em hidróxido de cálcio Ca(OH)₂. No cimento, todo o óxido de cálcio é combinado formando silicatos e aluminatos de cálcio.

A versão mais recente da norma Europeia para ligantes de cal define 3 classes de cal com propriedades hidráulicas: hidráulicas (HL), formuladas (FL) e hidráulicas naturais (NHL), de acordo com os materiais constituintes e a presença ou ausência de aditivos (Grilo et al. 2014). Segundo a Norma NP EN 459-1:2015: "A Cal hidráulica Natural é uma cal com propriedades hidráulicas produzida pela queima de calcários mais ou menos argilosos ou siliciosos (incluindo giz) e redução a pó por extinção com ou sem moagem. Tem a propriedade de fazer presa e endurecer quando misturada com água e por reação com o dióxido de carbono do ar (carbonatação)". As argamassas NHL estão divididas em 3 classes de acordo com a sua resistência à compressão desenvolvida após 28 dias de cura e ao conteúdo de Ca(OH)₂: NHL2, NHL3,5 e NHL5 (CEN 2015, Gulotta et al. 2013).

A NHL3,5 é a cal hidráulica natural de características intermédias e pode ser produzida por calcinação a cerca de 900 °C formando silicatos e aluminatos de cálcio. A NHL3,5 terá de apresentar um valor característico de resistência à compressão entre 3,5 MPa e 10 MPa aos 28 dias de cura e uma quantidade de Ca(OH)₂ de pelo menos 25 % (percentagem em massa) (Grilo et al. 2014). Grilo et al (Grilo, Silva, et al. 2014) reportam que a principal reação que proporciona o endurecimento das argamassas NHL3,5 usadas no seu trabalho é a carbonatação, contudo, também são formados compostos hidráulicos nos primeiros 28 dias de cura que aumentam as resistências mecânicas e melhoram as características de comportamento à água.

O uso mais frequente da Cal hidráulica natural foi retomado recentemente com a crescente demanda pela conservação e reabilitação. A cal hidráulica natural parece ser um material adequado para estes tipos de trabalhos devido à sua compatibilidade com os materiais antigos, apresentando reduzida retração, resistência aos sais e ao gelo, maior deformabilidade e maior permeabilidade ao vapor de água em relação às argamassas com cimento Portland e outras argamassas de cal hidráulica (Veiga, et al. 2010, El-Turki, Ball e Allen 2007).

3.1.1.2. Cimento Portland

“O cimento é um ligante hidráulico, isto é, um material inorgânico, finamente moído, que, convenientemente amassado com água, forma uma pasta que, devido a reações de hidratação, faz presa, endurece e permanece mecanicamente resistente e estável, tanto ao ar como na água, em condições normais de aplicação” (IPQ 1991).

O cimento Portland é obtido a partir de uma mistura devidamente proporcionada de calcário (carbonato de cálcio), argila ou xisto argiloso e, eventualmente, outras substâncias ricas em sílica, alumina e/ou ferro. A mistura reduzida a pó fino e bem homogeneizada e dispersa (geralmente a seco), é cozida a uma temperatura na ordem dos 1450 °C em grandes fornos rotativos. A estas temperaturas, as matérias reagem entre si, no que são ajudadas pela fase líquida obtida pela fusão de cerca de 20 % da matéria-prima originando novos compostos (clínquerização). Na consequência destes fenómenos físicos e químicos, os produtos da reação, ao arrefecerem, aglomeram-se em pedaços com dimensões variáveis chamados clínquer. O clínquer é composto por silicato tricálcico, silicato bicálcico, aluminato tricálcico e aluminoferrato tetracálcico (A. d. Coutinho 1997, J. S. Coutinho 2006). Os duros nódulos de clínquer são posteriormente arrefecidos e moídos simultaneamente com uma pequena percentagem de gesso (regulador de presa) até se obter uma granulometria muito fina (Botas 2009).

3.1.2. Ligantes aéreos – Cal aérea

Segundo a NP EN 459-1:2015 (CEN 2015), cal aérea é: “Cal que se combina e endurece com o dióxido de carbono presente no ar”. A cal aérea é o ligante que resulta da cozedura de pedra calcária com elevado grau de pureza, ou seja, de uma pedra calcária com uma percentagem em carbonato de cálcio (CaCO₃) igual ou superior a 95 %. A restante composição do ligante é argila e outras impurezas. As várias etapas para que, da pedra calcária, se obtenha o produto final cal aérea serão apresentadas seguidamente (R. M. Lawrence, et al. 2007, Balen 2005).

A cozedura do calcário a uma temperatura de cerca de 900°C dá origem à cal viva que é sobretudo óxido de cálcio (CaO), equação (Eq.) 1:

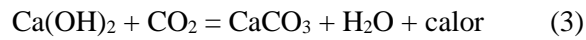


O seguinte processo denomina-se de extinção. A cal viva, em presença de água, transforma-se em cal “apagada” que é sobretudo hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂), dando-se um grande aumento de volume. Eq. 2:



Obtém-se, assim, a cal aérea utilizada na construção, denominada na maioria das vezes por cal aérea hidratada, em pó ou em pasta, dependendo da quantidade de água utilizada na extinção.

Depois de aplicada a argamassa de cal aérea dá-se o processo de carbonatação Eq. 3:



O processo de carbonatação dá-se com a reação entre o dióxido de carbono e o hidróxido de cálcio. É de realçar que as argamassas de cal aérea endurecem exclusivamente em contacto com o ar, pois apenas deste modo o dióxido de carbono entra em contacto com o hidróxido de cálcio, permitindo a reconversão em carbonato de cálcio. No entanto, é necessária a presença de um certo teor de humidade no ar, porque a reação de carbonatação implica a prévia dissolução do CO_2 em água. A carbonatação é um processo moroso, sendo necessários, nalguns casos, muitos anos para ficar completa (Cultrone, Sebastián e Huertas 2005, Lanas e Alvarez-Galindo 2003, Margalha et al. 2011).

3.2. Agregado

Os agregados são, geralmente, a componente maioritária na constituição das argamassas. A areia é o agregado mais usado no fabrico de argamassas.

A areia influencia de forma muito significativa as características da argamassa. A variação do tipo de areia, e suas características, constitui uma das formas mais eficazes de provocar variações estruturais em argamassas cujo comportamento tenha como objetivo ser estudado, avaliado e comparado. A areia é o “esqueleto” da argamassa, que ganha coesão pela ligação dos seus grãos ao ligante, pelo que a qualidade do agregado é fundamental na argamassa, conferindo-lhe estabilidade volumétrica, durabilidade e bom desempenho estrutural (Reddy e Gupta 2007, Stefanidou e Papayianni 2005, Veiga e Santos 2015).

Usualmente, os agregados são designados e agrupados conforme o ponto de vista considerado: petrográfico, massa volúmica, baridade, modo de obtenção e dimensão das partículas (A. d. Coutinho 1997).

3.3. Água

A presença de água na produção de argamassas com ligantes aéreos e hidráulicos é indispensável para garantir capacidade aglutinante e criar plasticidade no estado fresco, assim como na hidratação dos ligantes hidráulicos (silicatos e aluminatos) (J. S. Coutinho 2006). A influência da água de amassadura é muito importante, afetando a estrutura porosa da argamassa endurecida e o processo de carbonatação.

A quantidade de água utilizada na mistura é um fator determinante para a qualidade da argamassa, pois vai ser decisiva na sua consistência no estado fresco, na aderência ao suporte e a outros elementos e no processo de endurecimento. Deste modo, será também um fator condicionante das propriedades da estrutura interna da argamassa e, por esta via, das características do seu comportamento. Deve destacar-se, no que diz respeito às propriedades, a porosidade e porometria; quanto ao comportamento, as resistências mecânicas, a absorção de água e a resistência aos sais solúveis. A presença de água deve ser em quantidade mínima para garantir as funções acima referidas uma vez que, em excesso, dá origem a propriedades e características indesejadas. Há que garantir a consistência necessária a uma boa trabalhabilidade sem que seja comprometido o comportamento geral face às exigências de cada caso em particular. Seabra *et al.* (Seabra, Labrincha e Ferreira 2007) no seu estudo com argamassas de cal hidráulica, referem a extrema importância do rácio água/ligante (a/l) no comportamento do estado fresco das argamassas; Schutter e Poppe (Schutter e Poppe 2004) referem, inclusivamente que, tradicionalmente, o rácio a/l é o parâmetro mais importante nas futuras características da argamassa. Yang *et al.* (Yang, Weiss e Olek 2006) atribuem à água a principal responsabilidade nos processos de fissuras por retração e pelos mecanismos de gelo/degelo.

3.4. Adjuvantes e aditivos ou adições

É chamado adjuvante à substância utilizada em percentagem inferior a 5 % da massa de ligante adicionada durante a amassadura aos demais componentes das argamassas com o fim de modificar e melhorar determinadas propriedades, quer no estado fluido, quer no estado sólido, ou ainda na passagem de um estado a outro (Bilir, Gencel e Topcu 2015, A. d. Coutinho 1997).

O uso de adjuvantes é já muito antigo, sendo que os utilizados atualmente são muito diferentes dos que eram utilizados na era Romana com o intuito de melhorar a trabalhabilidade (sangue, leite, banha, etc.) e que hoje em dia se sabe que estes adjuvantes introduziam ar nas argamassas sob a forma de bolhas.

O conhecimento do comportamento deste tipo de componentes está bem estudado no fabrico de betão, visto que o seu desenvolvimento se deu a par do desenvolvimento do cimento Portland, sendo que, nas argamassas, os efeitos ainda não estão tão bem conhecidos. O efeito dos adjuvantes pode ser bastante diferente nas argamassas em relação ao betão e, ainda de forma mais acentuada, nas argamassas de cal.

Os adjuvantes que maioritariamente são usados nas argamassas são: introdutores de ar, aceleradores de presa e plastificantes. Existem aditivos cujo objetivo é modificar a porosidade das argamassas proporcionando-lhes uma melhor resistência aos sais (Pavlíková, et al. 2011) e aos ciclos gelo/degelo. Podem ser ainda usados aditivos ou produtos de substituição do ligante e/ou agregado como por exemplo pozolanas (Veiga, et al. 2010, A. L. Velosa 2006).

3.5. Influência do agregado

Existe uma série de atributos dos agregados que têm muita influência nas características e no comportamento das argamassas (Ozkahraman e Isik 2005). A abordagem que é feita seguidamente inclui três fatores que maioritariamente influenciam estes aspetos: origem, forma e granulometria.

3.5.1. Forma

A forma das partículas de areia tem muita influência sobre algumas características das argamassas (Lanas, Bernal, *et al.* 2004, Gonçalves, et al. 2007). O uso de areias com grãos de forma arredondada origina uma microestrutura com poros de maiores dimensões e a ligação l/a fica mais fraca, o que causa resistências mecânicas menores na argamassa endurecida. Lawrence *et al.* (R. M. Lawrence, *et al.* 2006) reportam que agregados que consistem em partículas redondas produziram argamassas com menores resistências mecânicas do que agregados com partículas angulosas. A angularidade proporciona um melhor entrosamento das partículas, enquanto que as partículas redondas poderão deslizar umas sobre as outras. Em sentido contrário, estão as areias com grãos angulares que, por originarem poros de menores dimensões, aumentam a resistência mecânica da argamassa (Lanas, Bernal, *et al.* 2004). Toomey e Pavía (Pavía e Toomey 2008) confirmam as afirmações anteriores e acrescentam que areias de forma arredondada produzem argamassas com maior porosidade e correspondente absorção de água por capilaridade. A trabalhabilidade das argamassas frescas também é afetada pela forma dos grãos de areia. Quanto mais arredondados forem os grãos, melhor trabalhabilidade provocam na argamassa em estado fresco.

3.5.2. Origem

A origem e a natureza mineralógica do agregado exercem grande importância nas características mecânicas da argamassa (Pavía e Toomey 2008, Santos, R. Veiga e Brito 2016). No caso Português, podem admitir-se três origens que correspondem à maioria das areias usadas em argamassas: areia de areeiro, areia de rio e areia manufaturada a partir de rocha. Lanas *et al.* (Lanas, Bernal, et al. 2004) nos seus ensaios com argamassas de cal hidráulica, concluíram que as argamassas com areias com grandes quantidades de calcário têm resistências mecânicas mais elevadas quando comparadas com as que incorporam areias com maiores quantidades de quartzo e sílica (areia de rio). Este facto pode explicar-se com a similaridade da composição entre o agregado e o ligante e a sua afinidade química, fazendo com que a interface l/a fique mais forte.

A diferença da origem também se faz sentir na trabalhabilidade da argamassa fresca. Na maioria dos casos, a areia de areeiro tem na sua composição uma maior quantidade de materiais argilosos e impurezas o que leva a que, para obter uma trabalhabilidade equivalente, se use uma maior quantidade de água em relação à areia de rio. Esta maior quantidade de água, e conseqüente melhoria de trabalhabilidade, leva a que na fase de endurecimento a argamassa possa vir a ter superior fissuração.

3.5.3. Granulometria

A granulometria, segundo a bibliografia, é a característica que tem superior influência no comportamento das argamassas. Se a granulometria for contínua, e se as partículas tiverem uma forma adequada, obtém-se uma argamassa muito compacta e resistente para uma dosagem mínima de ligante, reduzindo conseqüentemente o risco de segregação (J. S. Coutinho 1999, Pavía e Toomey 2008).

Geralmente, é a superfície específica da areia que determina a quantidade de água necessária para molhar e lubrificar a mistura. Como é do conhecimento geral, quanto menor a dimensão das partículas, maior a superfície específica (Hendrickx, Roels e Balen 2010).

O uso de uma areia grossa pode aumentar a resistência mecânica pois a própria resistência das partículas de areia assume um significado mais relevante em relação a outros fatores (J. S. Coutinho 1999, Lanas, Bernal, et al. 2004, Rato 2006).

Lanas *et al.* (Lanas, Bernal, et al. 2004), no seu estudo com argamassas de cal hidráulica, confirmam que uma adequada granulometria origina na argamassa resistências mecânicas superiores,

nomeadamente resistências à flexão e à compressão. Reddy e Gupta (Reddy e Gupta 2007), afirmam que, para uma dada consistência, argamassas com areias muito finas necessitam de mais 50 % de água do que argamassas similares com areias de granulometria normal. Os autores concluíram que o facto de as argamassas com maior quantidade de finos necessitarem de uma maior quantidade de água faz com que estas apresentem uma maior quantidade de fissuras por retração na fase de endurecimento.

Os finos de argila, existentes nos agregados, influenciam as características das argamassas (Winnefeld e Bottger 2006). Os autores anteriores referem que os finos argilosos adicionados aos agregados de argamassas de cal melhoram a trabalhabilidade da argamassa no seu estado fresco, mas pioram as suas características mecânicas, hídricas e de durabilidade no estado endurecido: absorvem água mais rapidamente; secam mais lentamente; diminuem a resistência aos ciclos gelo-degelo; diminuem a resistência aos sais. Como conclusão, os autores desaconselham o uso de finos argilosos nas argamassas, de tamanho inferior a 63 μm , por terem uma influência negativa na durabilidade das argamassas de cal.

A granulometria e o tamanho dos grãos da areia também têm influência nas reações químicas proporcionadoras da carbonatação das argamassas de ligantes aéreos pela sua influência na porosidade das argamassas endurecidas. Lawrence *et al.* (R. M. Lawrence, et al. 2006), no seu estudo sobre perfis de carbonatação de argamassas aéreas, revelam que o uso de areias com tamanhos de grãos superiores origina argamassas com poros de tamanho superior. Os poros de tamanho superior, não só possibilitam que a frente de carbonatação da argamassa penetre mais rapidamente no seu interior como, a extensão de carbonatação a médio e longo prazo seja superior. A explicação reside no tamanho dos poros, que possibilita: 1) velocidade superior de transferência dos materiais aquosos; 2) uma progressão mais facilitada destes materiais. O nível máximo de carbonatação dos materiais é independente da profundidade em relação à superfície, isso faz com que, em argamassas com redes porosas com poros de tamanhos inferiores (<63 μm) os cristais de calcite (de dimensões superiores aos cristais de portlandite), ao cristalizarem nos poros de menores dimensões, ocupem o “caminho” ao CO_2 , o que dificulta (ou impede) a continuidade de penetração do CO_2 na direção do interior da argamassa.

Alguns autores consideram que as propriedades resistência mecânica e absorção de água são consideradas secundárias ou propriedades dependentes da densidade de compactação da mistura, independentemente da granulometria e forma do agregado (Gonçalves, et al. 2007).

3.6. Influência dos processos de execução da argamassa

Neste subcapítulo, é apresentada a influência, nas argamassas, dos processos de execução mais relevantes no contexto deste trabalho. A compactação e a cura entre argamassas não foram alteradas no âmbito da parte experimental deste trabalho, enquanto o traço l/a teve alterações. Para uma melhor perspectiva geral, são apresentados alguns fatores que são influenciados por estes processos.

3.6.1. Compactação

A compactação é o processo seguinte à colocação da argamassa nos moldes em laboratório, em situações reais é após projeção, aperto e regularização. A importância da compactação diz respeito ao fazer simular a realidade nos procedimentos laboratoriais. Não é um processo laboratorial obrigatório e não está mencionado na norma europeia de execução de argamassas EN 1015-2:1998 (CEN 1998), sendo que é referida na norma EN 1015-11:1999 (CEN 1999). O objetivo da compactação é facilitar o arranjo interno das partículas da argamassa, provocando a saída de grande parte do volume de ar existente, obtendo-se uma argamassa mais compacta. Ao fazer com que este ar seja expulso, a argamassa terá uma menor porosidade, o que conduz, na maioria das vezes, a resistências mecânicas superiores. Estudos realizados com o intuito de comparar diferentes níveis de compactação mostram que não só as resistências mecânicas são afetadas, como também a absorção de água por capilaridade que, com melhor compactação, assume valores menores e é mais lenta (Stefanidou e Papayianni 2005).

3.6.2. Traço

A relação com que os constituintes das argamassas estão doseados é muito importante. A relação entre a quantidade de ligante e a de agregado designa-se por traço l/a. Esta razão pode ser expressa em relação ao volume ou à massa dos constituintes da argamassa. O traço tem influência maioritariamente nas características de resistência mecânica e porosidade das argamassas.

A resistência mecânica da argamassa aumenta com o aumento do traço para qualquer um dos três ligantes. A influência na porosidade não é semelhante em cada um dos ligantes. No caso das argamassas de cimento, quanto maior for o traço menor será o valor da porosidade. Nas argamassas de cal aérea e hidráulica verifica-se a tendência contrária, um aumento da quantidade de cal na mistura proporciona uma porosidade superior, pelo menos a curto-médio prazo (Pereira 2008, Lanas e Alvarez-Galindo 2003, Lanas, Bernal, et al. 2004, Green, et al. 1999).

3.6.3. Cura

A cura tem influência no processo de endurecimento e nas características das argamassas ao longo do seu tempo de vida. Nas argamassas com ligantes hidráulicos a cura está dependente da duração da disponibilidade da água no seu processo de endurecimento, que ocorre por hidratação. Nas argamassas de ligantes aéreos o fator mais importante é o acesso ao dióxido de carbono pois o endurecimento dá-se por carbonatação do hidróxido de cálcio (Lanas, Sirera e Alvarez 2006, Rato 2006, Balen 2005); assim, um teor de água adequado é também importante para as reações de carbonatação, garantindo o transporte de CO₂.

As condições de cura são muito importantes para argamassas com introdução de materiais pozolânicos. Condições de cura húmidas favorecem o endurecimento e a resistência mecânica de argamassas de cal hidráulica natural com introdução de metacaulino (Grilo, Faria, et al. 2014).

3.7. Porosidade e características dos poros

A porosidade pode resultar da forma de aplicação, natureza dos constituintes da argamassa ou dos processos usados na sua execução. A porosidade é um dos fatores mais importantes no comportamento de uma argamassa. De uma forma simplista pode afirmar-se que os componentes, o processo de execução e as condições de cura definem a estrutura porosa da argamassa. A estrutura porosa afeta as principais características da argamassa tais como as resistências mecânicas, permeabilidade à água e ao vapor de água, absorção de água por capilaridade, suscetibilidade às deformações, entre outras. A compatibilidade da estrutura porosa é um critério vital para a aplicação de argamassas em edifícios antigos. Em trabalhos de conservação e/ou reabilitação é importante que a nova argamassa tenha uma estrutura porosa compatível com o suporte de forma a não causar impedimentos no fluxo de água na interface argamassa/suporte, reduzindo assim o risco de criação de uma zona fragilizada devido à diferença de características entre os materiais e à possível cristalização de sais nessa zona, afetando a tensão de aderência dos materiais e comprometendo a compatibilidade (Klisinska-Kopacz, et al. 2010).

A estrutura porosa dos materiais pode ser caracterizada segundo aspetos mineralógicos, químicos e morfológicos. Este trabalho centra-se nos aspetos morfológicos. A morfologia da porosidade não é homogênea, tendo poros de diferentes tamanhos, formas e distribuições.

Podem distinguir-se dois tipos de porosidade: a porosidade aberta e a porosidade fechada. A porosidade aberta forma uma rede contínua de vazios pois os poros comunicam todos entre si e com a superfície do material. Apenas a porosidade aberta contribui para o transporte de fluidos através do

material. A porosidade aberta pode ainda apresentar um tipo distinto de poros, os poros cegos, que apenas por uma das suas extremidades contactam com a rede porosa aberta. A porosidade fechada é constituída por poros ou agrupamentos de poros que estão isolados no interior do material. Estes poros, ao não terem ligação com outros poros nem com a superfície do material, são de acesso muito difícil. Geralmente, considera-se negligenciável a percentagem de porosidade fechada no estudo de argamassas de ligantes aéreos (Rato 2006, Botas 2009).

Existem variadas classificações da dimensão dos poros em determinados intervalos, sendo que cada autor adota aquela que melhor se adapta ao fenómeno que está a estudar. De acordo com a maioria dos autores, existem três tipos de poros consoante a sua dimensão: microporos, poros capilares e grandes poros. Existem muitas diferenças na definição das dimensões de cada um destes tipos de poros na bibliografia. A classificação adotada foi a seguida pelo maior número de autores.

Os microporos, que representam geralmente a menor percentagem da porosidade da argamassa, possuem diâmetros inferiores a $0,02 \mu\text{m}$ e são os que têm menor importância na influência da porosidade no comportamento do material. Estes poros encontram-se na matriz do ligante (Klisinska-Kopacz, et al. 2010).

Os poros capilares têm diâmetros entre $0,02$ e $1 \mu\text{m}$ e são os principais responsáveis pelos fenómenos físicos envolvendo água e vapor de água; são os que constituem a maior parte da porosidade das argamassas e são formados, geralmente, pelo espaço que a água livre liberta depois de evaporar.

Os grandes poros possuem diâmetros superiores a $1 \mu\text{m}$ e são causados por diversos fatores de entre os quais: tipo e quantidade de agregado, relação a/l, ar aprisionado na mistura, um introdutor de ar se for o caso de uso do mesmo e principalmente devido às fissuras provocadas pela retração da argamassa devido à perda de água por evaporação (neste caso uma grande quantidade de poros também origina poros acima dos $5 \mu\text{m}$, que começam a sair da gama capilar). Estes poros aparecem em maiores quantidades nas argamassas com ligantes aéreos (Arandigoyen e Alvarez 2007, Chatterji 2003, Mosquera, Silva, et al. 2006).

Quanto à sua forma, os poros podem ser subdivididos em três tipos principais: cilíndricos, esféricos e os poros fissura (Rato 2006).

Os poros cilíndricos são devidos ao espaço ocupado pelo excesso de água de amassadura. A porosidade das argamassas é maioritariamente formada por estes poros, sendo estes os que mais influenciam nos fenómenos de percolação de água e vapor de água no interior da argamassa.

Os poros esféricos resultam, maioritariamente, do ar que fica aprisionado no interior da argamassa durante a mistura ou aplicação, podendo ter sido causados também pela introdução de um adjuvante na mistura, na maioria das vezes um introdutor de ar. Este tipo de poros reduz a água absorvida por capilaridade, não só por terem dimensões superiores aos poros da gama capilar, mas também por terem a capacidade de ficar isolados no interior da argamassa.

Os poros-fissura são originados pela retração das argamassas durante o processo de endurecimento. Este tipo de poros depende dos tipos de ligante e agregado, e dos rácios a/l e l/a. O aparecimento destes poros favorece a percolação de água (permeabilidade sobre pressão) e vapor de água no interior das argamassas (Mosquera, Silva, et al. 2006, Mosquera, Benítez e Perry 2002, Pereira 2008).

3.8. Intervenções em edifícios antigos

3.8.1. Conservação dos materiais existentes

As intervenções em edifícios antigos devem ser abordadas segundo alguns critérios, diferentes dos usados nos edifícios novos, de modo a que não sejam desprezados importantes valores que o edifício possa possuir. O valor histórico de um edifício pode ser determinado por diferentes e variadas características: idade, arquitetura, tipo de materiais, localização, tipo de utilização, entre outras. O grau de importância a nível social, material, arquitetónico e histórico dessas características define o valor histórico do edifício (Veneza, 1964).

A primeira opção nas intervenções em edifícios com valor histórico deve ser a conservação. É de extrema importância manter a autenticidade do edifício sob o risco de descaracterização. A conservação, com técnicas e materiais conhecidos, é geralmente a opção que acarreta menores custos e assegura maior durabilidade (Veiga & Carvalho, 2002), assim como a preservação de valores. Por exemplo materiais, técnicas e culturais.

3.8.2. Degradação e intervenção

As anomalias verificadas nas argamassas de fachadas azulejadas são maioritariamente de dois tipos: Perda de coesão da argamassa e destaque na interface azulejo/argamassa por perda de aderência. As figuras 2-4 ilustram uma fachada azulejada, sendo que as figuras 3 e 4 apresentam problemas na argamassa de assentamento dos azulejos. As figuras 5 e 6 apresentam fachadas com anomalias na argamassa de assentamento dos azulejos.



Figura 2 - Representação de fachada azulejada

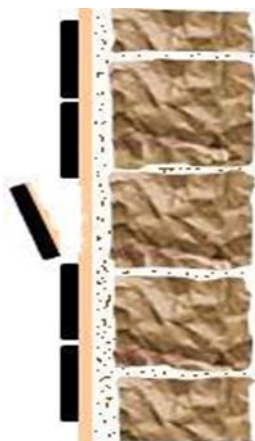


Figura 3 - Representação de fachada azulejada com problema de perda de coesão da argamassa de assentamento em um azulejo



Figura 4 - Representação de fachada azulejada com problema de perda de aderência da argamassa de assentamento em um azulejo



Figura 5 - Fachada azulejada com problema de perda de aderência da argamassa de assentamento



Figura 6 - Fachada azulejada com problema de perda de coesão da argamassa de assentamento

3.8.3. Requisitos das argamassas de substituição

O emprego de argamassas nas intervenções de conservação de edifícios antigos deve respeitar alguns requisitos como: compatibilidade, durabilidade e reversibilidade.

3.8.3.1. Compatibilidade

As argamassas devem ser compatíveis com os materiais preexistentes de modo a não contribuírem para a sua degradação, promoverem a sua proteção efetiva e contribuírem para a durabilidade do conjunto (M. d. Veiga 2005, M. d. Veiga, 2003, R. M. Lawrence, T. J. Mays, et al. 2007). A compatibilidade, neste tipo de materiais, deve ser analisada segundo 3 aspetos: 1) Compatibilidade física; 2) Compatibilidade mecânica; 3) Compatibilidade química.

A compatibilidade física contempla as características de comportamento com a água: permeabilidade à água e ao vapor de água. A permeabilidade à água é um fator muito importante. As argamassas de substituição deverão apresentar idêntica permeabilidade à água de modo a não influenciar a cinética de percolação da água no interior da parede. A permeabilidade ao vapor de água deve ser semelhante à da argamassa preexistente, para facilitar a evaporação da água infiltrada e retida no sistema e não gerar discontinuidades favorecedoras de degradação acelerada.

A nova argamassa deve apresentar resistência à flexão, resistência à compressão e módulo de elasticidade dinâmico semelhantes à argamassa antiga. Com estas características garantidas, as tensões e deformações do conjunto dos materiais serão semelhantes. Em fachadas azulejadas, o fenómeno da aderência é de extrema importância. A argamassa nova deve apresentar uma adequada aderência à argamassa existente e/ou suporte, mas também ao azulejo. Esta argamassa terá a função

de proporcionar uma boa aderência a dois corpos de natureza diferente: argamassa antiga e/ou suporte preexistente e corpo cerâmico do azulejo.

As características relacionadas com o comportamento aos sais são as que apresentam uma relevância superior nos aspetos da compatibilidade química. As argamassas novas não devem ter teores elevados de sais solúveis, para não contaminarem o azulejo e o suporte.

3.8.3.2. Durabilidade

As novas argamassas devem apresentar uma boa durabilidade de modo a que não sejam necessárias novas intervenções a curto prazo, reduzindo também os riscos de queda de azulejos. A premissa durabilidade reforça a ideia de uso de argamassas de composição semelhante às preexistentes. De facto, a maioria das argamassas de assentamento de azulejos chegou em bom estado aos dias de hoje apesar do seu longo tempo de vida (em alguns casos 200 anos) (Ferreira & Veiga, 2009).

A nova argamassa tem de ter uma resistência mecânica que garanta compatibilidade, uma adequada aderência à argamassa preexistente e/ou suporte e ao azulejo e uma apropriada percolação de água e vapor de água de modo a não acumular sais no seu interior e/ou nas interfaces com os restantes materiais. Nas argamassas à base de cal aérea, todos os fatores mencionados anteriormente são maioritariamente condicionados pela estrutura porosa (Válek, Huges, John, & Bartos, 2000). As argamassas de cal aérea, como mencionado anteriormente, possuem uma estrutura porosa muito “aberta” com muitos poros que se encontram conectados.

3.8.3.3. Reversibilidade

Qualquer argamassa nova usada na conservação de edifícios antigos deve proporcionar a reversibilidade da intervenção por diversas razões: necessidade de reparação, descontaminação ou limpeza do azulejo; verificação de incompatibilidades física e/ou química posteriormente à sua aplicação; aparecimento de novas soluções no mercado mais indicadas; por evolução de conhecimento através de estudos científicos; necessidade de reparação do suporte exigindo a remoção dos azulejos.

3.8.3.4. O uso do cimento

As argamassas são materiais porosos usadas em diversos tipos de aplicações em construções. O seu variado espectro de utilização faz com que seja necessária uma boa compreensão do seu comportamento de modo a cumprir as exigências para os usos em causa. O aparecimento do cimento

como ligante levou ao seu uso repentino e excessivo, na maioria das vertentes da construção, incluindo a conservação e a reabilitação. O seu rápido endurecimento e o facto de apresentar elevadas resistências mecânicas foram os fatores determinantes para este uso excessivo (Botas 2009, Lanas e Alvarez-Galindo 2003).

A partir do aparecimento do cimento, as argamassas à base de cal caíram em desuso e o conhecimento de séculos de utilização foi-se perdendo. Há algumas décadas, foi notado que a substituição total da cal pelo cimento em argamassas usadas na conservação e reabilitação se constituiu como um erro grave. As argamassas de cimento apresentam incompatibilidade química, física e mecânica em relação aos suportes antigos. Em particular têm uma elevada rigidez, dificultam a saída de água do suporte, dão origem à libertação de sais solúveis e apresentam ainda uma menor vida útil em relação às argamassas de cal (Botas, Rato, & Faria, 2010).

O uso de cimento ou dos modernos cimentos-cola no reassentamento de azulejos antigos é completamente inadequado. Para além das consequências anteriormente apresentadas, a sua baixa permeabilidade ao vapor de água pode provocar a mudança dos cursos naturais de água no interior da parede. Esta mudança, conjuntamente com o transporte de sais libertados por estas argamassas, pode levar a consequências gravosas nas zonas de intervenção e zonas circundantes (Botas, Veiga, & Velosa, 2009). A acumulação e cristalização de sais nas interfaces dos materiais e no interior dos edifícios, podem levar, respetivamente, a perda de aderência nas interfaces azulejo/argamassa/suporte e anomalias no interior da alvenaria e no revestimento interior do edifício. A Figura 7 mostra uma aplicação de cimento numa fachada azulejada antiga e a figura 8 revela anomalias provocadas pelo uso de uma argamassas de ligante hidráulico no assentamento de um painel azulejar.



Figura 7 - Aplicação de cimento numa fachada azulejada antiga



Figura 8 - Anomalia provocada pelo uso de uma argamassas de ligante hidráulico no assentamento de um painel azulejar

4. Estudo do fenómeno da aderência

De há algumas décadas a esta data, não é verificada uma evidente boa qualidade na ligação entre as argamassas e os suportes e/ou outros materiais como por exemplo tijolos ou azulejos. A fraca aderência e baixa resistência de aderência entre os materiais são fraquezas notadas em muitas estruturas de alvenaria (Taha & Shrive, 2001; Papaioannou, Argyropoulou, Tachos, & Markantonis, 2015). São constantemente visíveis algumas peças com poucos anos de aplicação a ficarem sem ligação com o suporte, e até mesmo caírem das fachadas. Os tempos modernos são extremamente exigentes em termos de prazos e tempo útil despendido nos diversos trabalhos da construção. O paradigma de custos nas construções mudou significativamente; os custos da mão-de-obra são hoje mais elevados que outrora e esse fator reflete-se no planeamento e execução dos trabalhos. À exceção das obras megalómanas e/ou excêntricas, o custo da mão-de-obra tem por vezes mais relevância que o custo do material. O custo da mão-de-obra é maioritariamente dependente da variável tempo (em todas as suas vertentes: planeamento, implementação, execução...). Tem-se então, que o tempo, determina a maioria dos trabalhos.

A adoção deste novo paradigma por parte da sociedade e, particularmente, de quem intervém nos trabalhos de construção e está a par desta evolução paradigmática, leva a uma obrigatória evolução: evolução de processos, técnicas de execução, mas principalmente uma evolução dos materiais. Os materiais evoluíram para responder às exigências contemporâneas. Estas exigências materiais são dos mais variados tipos; porém, existe um universal e transversal: possuir as características desejadas no menor tempo possível.

A sociedade, e mais particularmente o setor da construção, através da mudança do paradigma, leva a que sejam exigidas a implementação de medidas e aplicação de materiais que respondem positivamente a curto prazo. Este é um dos principais problemas desta mudança. Poder-se-ão fazer ensaios materiais ao mais alto nível tecnológico; porém, o comportamento de um material novo a longo prazo, nas condições onde será aplicado, terá sempre uma grande componente imprevisível. Este comportamento advém não só da sua própria evolução como das condições envolventes. Esta incerteza e imprevisibilidade são ainda mais acentuadas quando existem interações de materiais de diferentes naturezas criando interfaces e descontinuidades entre si.

“God make the bulk; the surface was invented by the devil” – Wolfgang Pauli (Cardon 2006).

O autor supracitado enuncia que as características “diabólicas” das superfícies dos materiais são devidas ao simples facto de a superfície sólida de um material fazer fronteira com o mundo exterior. No interior do sólido, cada átomo é rodeado por outros átomos similares. Os átomos superficiais

podem interagir com átomos similares na mesma superfície, ou com quaisquer outros de outra qualquer natureza com os quais entram em contacto. As estruturas superficiais dos materiais são complexas e, durante muito tempo, os esforços feitos para estabelecer descrições teóricas e experimentais precisas dessas estruturas falharam (Cardon, 2006).

Na construção existem ligações entre diversos materiais. As argamassas desempenham uma função muito importante e preponderante na maioria das ligações envolvidas na construção civil. As argamassas, conforme a sua especificidade e funções poderão providenciar a ligação de elementos de alvenaria, ornamentais, de cantaria, azulejaria, etc.

A aderência é uma característica preponderante na ligação provida pelas argamassas. A ligação é a correta se se conseguir proporcionar uma aderência adequada para o trabalho a desenvolver.

A ligação das argamassas a elementos da alvenaria é devida a dois mecanismos: químico e físico. O químico, com as forças covalentes ou de Van der Waals, constitui a aderência entre a alvenaria e os produtos da hidratação do cimento (no caso de argamassas cimentícias e cimentos-cola) da argamassa e o físico que é formado pela conexão mecânica dos produtos de hidratação e carbonatação (no caso de argamassas cimentícias e/ou aéreas) transferidos para a porosidade superficial do suporte. A contribuição da componente física na aderência de argamassas sem aditivos adesivos é muito superior à componente química, sendo que, na maior parte dos estudos nestas matérias, a parte química é desprezada (Kampf, 1963).

O aparecimento dos polímeros no campo da construção civil criou a possibilidade de desenvolver novas formas de aderência (Aguar, 1995). Este trabalho não tem como objetivo estudar este tipo de argamassas. O seu âmbito de aplicação também não é o adequado ao objetivo do trabalho.

Os dois fatores que maioritariamente influenciam a tensão de aderência, mecanicamente, são o tipo de argamassa (particularmente a sua retenção de água, fluidez inicial, quantidade de ar no seu interior e resistência mecânica) e o tipo de suporte (particularmente a sua sucção). Geralmente, uma resistência de aderência boa é obtida através do uso de argamassas com elevado poder de retenção, elevada fluidez inicial, elevada resistência mecânica e pouco ar no seu interior, e unidades de alvenaria possuindo uma sucção moderada e superfícies rugosas (Baldan 2012). A pressão aplicada sobre as argamassas e sobre as unidades de alvenaria também é muito importante (Boynton & Gutschick, 1975).

4.1. Mecanismo de aderência argamassa/suporte

Uma boa aderência interfacial entre os elementos da alvenaria e as argamassas é muito importante nas estruturas de alvenaria. É do conhecimento geral que a sucção dos tijolos, a granulometria do agregado e a composição da argamassa afetam a tensão de aderência entre os tijolos e a argamassa (Lawrence & So, 1994).

O início do desenvolvimento da ligação dá-se com o contacto da argamassa fresca e o suporte (Sugo, Page, & Lawrence, 2007). A tensão de aderência depende das características dos dois materiais na interface tijolo-argamassa (Baker L. R., 1979).

As propriedades das argamassas que afetam a tensão de aderência são: quantidade de ar interior, retenção de água, fluidez, composição, granulometria do agregado, retração e condições de envelhecimento. As propriedades dos tijolos que influenciam a tensão de aderência são: “Initial rate of absorption” (IRA), textura superficial, características físicas do material, revestimentos superficiais, sujidade, etc.

Segundo Taha e Shrive (Taha & Shrive, 2001), a tensão de aderência depende de muitos fatores interrelacionados que influenciam diretamente o desenvolvimento da ligação (absorção superficial da unidade de alvenaria, estrutura porosa, composição da argamassa, retenção de água da argamassa e condições de cura) ou indiretamente (textura superficial da unidade de alvenaria e as condições de aplicação). Os mesmos autores defendem que a qualidade da argamassa e a absorção superficial das unidades de alvenaria são os aspetos mais preponderantes no desenvolvimento de uma ligação forte e de uma boa tensão de aderência.

A qualidade da argamassa define a quantidade de água “disponível” na interface e a resistência dos produtos de hidratação depositados na superfície dos poros da unidade de alvenaria. As características qualitativas das argamassas não são necessariamente representadas pela sua resistência à compressão, mas sim por outras características que até poderão reduzir a resistência à compressão. Essas características incluem a trabalhabilidade, retenção de água e plasticidade (Taha & Shrive, 2001). A interação da absorção superficial da unidade de alvenaria e a qualidade da argamassa determinam a eficiência de dois processos físicos que controlam o desenvolvimento da ligação: densificação e perda de água (C. J. Groot 1995). A densificação representa a consolidação dos produtos da hidratação na interface argamassa/unidade de alvenaria; a perda de água representa a redução da água disponível para completar o processo de hidratação na interface resultante da sucção da unidade de alvenaria. O grau de hidratação observado na maioria das interfaces é significativamente inferior ao observado no núcleo da argamassa. Uma otimização entre a quantidade

necessária de água e a água disponível pode melhorar o desenvolvimento da ligação na interface (Taha & Shrive, 2001).

Atingidas as condições necessárias, o transporte de fluido da argamassa para o suporte cria uma camada de material fino ao longo da interface argamassa/suporte. As propriedades críticas do suporte e da argamassa que determinam a quantidade de sólidos transportados são as que influenciam diretamente a velocidade e o volume do fluxo capilar conjuntamente com a dimensão das partículas finas e as propriedades reológicas da pasta de argamassa. No caso de suportes com baixa sucção capilar, o transporte de sólidos cessa em poucos minutos, enquanto que, para o caso de suportes com alta sucção capilar, o transporte dá-se em apenas alguns segundos e a argamassa perde muita água repentinamente, resultando em possíveis problemas de trabalhabilidade no seu manuseamento (Sugo, Page, & Lawrence, 2001). O tempo é um fator determinante na quantidade de matéria transportada.

O transporte de matéria sólida para a interface proporciona uma continuidade no contacto dos dois materiais. Sugo, Page and Lawrence (Sugo, Page, & Lawrence, 2001), no seu trabalho com argamassas cimentícias, enunciam que, do ponto de vista da resistência de aderência, existe uma quantidade ótima de material cimentício na interface. Os autores dizem ainda que, uma quantidade insuficiente de material cimentício na interface origina falhas de aderência na interface, enquanto que uma quantidade excessiva fará baixar a coesão da argamassa da camada adjacente à interface.

A adesão entre um material adesivo e o suporte resulta do facto dos materiais possuírem forças de atração atómicas e moleculares, que se traduzem através da tensão superficial (Baldan, 2012). O modo da argamassa se espalhar na superfície do suporte depende, entre outros fatores, das suas propriedades reológicas e da tensão superficial do suporte.

As moléculas que se encontram na superfície de um material possuem uma energia potencial superior às suas homólogas que se encontram no interior, pois não possuem moléculas vizinhas que estabeleçam o equilíbrio de forças em relação ao seu meio circundante. A tensão superficial é uma medida direta das forças intermoleculares. A tensão superficial resulta da atracção de todo o material sobre a camada superficial que tende a reduzir o número de moléculas nessa região, aumentando a distância intermolecular (Romero, 2010; Kinloch, 1997).

De uma visão quantitativa, a tensão superficial é a energia requerida para se aumentar a superfície de um material, tendo em consideração as forças superficiais contrárias a esse esforço (Paes I. N., 2004).

Quando um líquido entra em contacto com um sólido, são geradas forças opostas; o sólido tende a ser envolto por moléculas de líquido de modo a diminuir a energia potencial superficial; já o líquido

tende a permanecer agrupado por forma a diminuir a sua superfície exterior de modo a atingir a configuração de menor energia (Alhanati, 2000). Quando a energia superficial do sólido for igual ou superior à tensão superficial do líquido, as moléculas do líquido começam a desagregar-se e dá-se a molhagem do sólido (Stolz 2015).

A aptidão de molhagem é a habilidade de um líquido manter contacto com uma superfície sólida, resultante de interações intermoleculares quando os dois são colocados juntos (Levy, 1988). Aptidão de molhagem define a extensão de espalhamento de um líquido sobre uma superfície sólida. É considerado existir uma boa aptidão de molhagem quando um líquido flui sobre um sólido cobrindo cada reentrância deste e retirando todo o ar entre eles. Uma boa aptidão de molhagem só acontecerá se o líquido possuir uma baixa viscosidade e se a molhagem resultar num decréscimo da energia livre do sistema (Pretto, 2007; Baldan, 2012).

Carasek (1996) concluiu que a molhagem de um suporte por uma argamassa, através da diminuição da tensão superficial da argamassa, depende da composição da argamassa, do tipo de suporte e do tratamento nele aplicado. As superfícies do líquido e do sólido com o qual o líquido entra em contacto têm um grande contributo no desenvolvimento da aderência inicial. As superfícies formam entre si um ângulo designado por “ângulo de contacto” (θ).

O ângulo de contacto é o ângulo que a superfície do sólido forma com a superfície do líquido na zona de contacto, sendo que é considerado que um líquido molha um sólido sempre que o ângulo de contacto seja inferior a 90° (Costa, 2007; Pretto, 2007; Carasek, 1996). A Figura 9 mostra a influência do ângulo de contacto na aptidão de molhagem de um sólido.

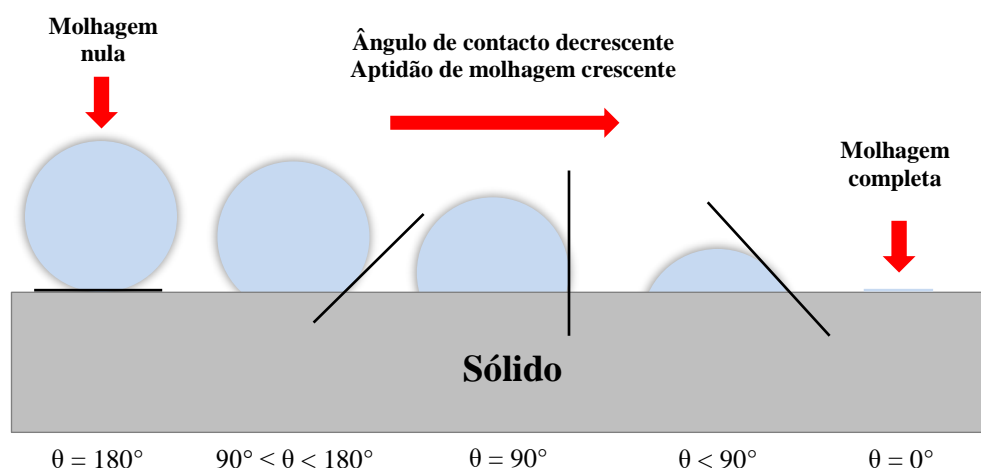


Figura 9 - Aptidão de molhagem de uma superfície

A aptidão de molhagem é avaliada pelo ângulo de contacto. O ângulo de contacto está relacionado com as interações entre moléculas na gota de líquido (forças coesivas) e entre estas e a superfície sólida (forças adesivas) (Romero, 2010). Quanto menor for o valor da tensão superficial e a viscosidade de uma argamassa, maior será a sua capacidade de molhar o suporte, pois o ângulo de contacto diminui e, conseqüentemente, aumenta o contacto físico entre os dois materiais. Estas forças, tal como enunciado anteriormente, estão ligadas à reologia da argamassa e porosidade do suporte (Paravisi 2008, Stolz 2015). Salienta-se que, apesar da dependência destes dois fatores, muitos outros terão de ser levados em consideração na composição das argamassas; por exemplo a otimização da reologia com o objetivo de maximizar as características mecânicas poderá prejudicar a trabalhabilidade da argamassa, diminuindo o contacto entre os materiais e a sua aplicação.

Neste subcapítulo são introduzidos alguns fundamentos da teoria de ligações interfaciais. A interface tripla formada pela deposição de uma gota numa superfície sólida move-se em função de três tensões superficiais existentes.

O trabalho de adesão (W_a), que traduz a energia de ligação interfacial, pode ser estimado pela equação de Young-Dupré, Eq. 4.

$$W_a = \gamma_{la}(1 + \cos \theta) \quad (4)$$

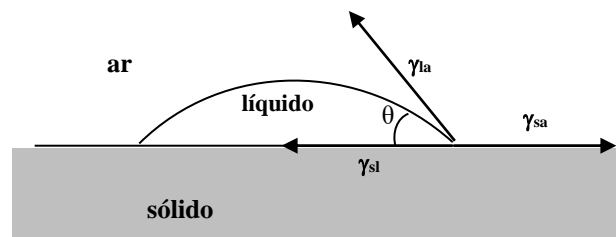


Figura 10 - Equilíbrio de forças na molhagem de um líquido em uma superfície sólida

W_a – Trabalho de adesão ($J.m^{-2}$);

γ_{la} – Tensão superficial líquido/ar ($N.m^{-1}$)

γ_{sl} – Tensão superficial sólido/líquido ($N.m^{-1}$)

γ_{sa} – Tensão superficial sólido/ar ($N.m^{-1}$)

θ – Ângulo de contacto

A equação 4 e a figura 10 mostram, segundo Baldan (Baldan, 2012), que o ângulo de contacto de um líquido numa superfície pode ser relacionado com o trabalho termodinâmico de adesão (W_a), que por sua vez está diretamente relacionado com a energia superficial dos dois materiais.

Neste subcapítulo está descrito o processo de adesão inicial. Como foi visto, esta adesão depende de várias propriedades da argamassa e do suporte como a tensão superficial, o ângulo de contacto e a aptidão de molhagem. Estas propriedades das argamassas são dependentes das características conferidas pelos seus materiais constituintes, como a porosidade, espalhamento, reologia, etc. A variação destas características e suas consequências nas argamassas serão explanadas nos capítulos seguintes.

4.2 Propriedades do suporte

4.2.1 Porosidade e sucção de água

O suporte é um material poroso que está recetivo à absorção de água. A sua porosidade irá determinar as dinâmicas de sucção de água e o transporte do material sólido para a interface suporte/argamassa. A sucção de água é também um fenómeno muito interessante de ser estudado pois existem vários modelos para a definir e relacioná-la posteriormente com a aderência das argamassas. É assim de extrema importância o estudo da sucção relacionada com a porosidade do suporte.

4.2.1.1 A estrutura porosa

Tal como abordado no capítulo 3.7, este trabalho centra-se nos aspetos morfológicos da estrutura porosa. Os aspetos morfológicos preponderantes da estrutura porosa na cinética de transporte de fluidos são a porosidade e as características dos poros (dimensão e forma). Existe uma grande dificuldade na definição de dimensão e forma dos poros, pois não se conseguem estabelecer geometrias padronizáveis devido à irregularidade do volume dos poros no interior das argamassas.

A dimensão e distribuição dos poros são preponderantes na capacidade de sucção do suporte. Um suporte que possua uma maior porosidade aberta tem uma maior capacidade de armazenamento de fluidos e uma absorção superior dos mesmos. Uma absorção superior de fluidos pressupõe um fluxo superior argamassa-suporte, o que traz a consequência da existência de condições para que o material fino da argamassa seja transportado para a fronteira dos dois materiais. A dimensão dos poros também é muito importante pois governa a velocidade a que o fluido é absorvido; poros de dimensão superior absorvem água mais rapidamente em relação aos poros de tamanho inferior.

De um modo geral, a maioria dos suportes sobre os quais são aplicadas argamassas, possuem porosidade aberta total entre 20 % e 40 %. Existem casos em que a porosidade aberta poderá estar perto de 50 % ou ser inferior a 5 %. Os tijolos cerâmicos possuem uma porosidade total entre 20 % e 30 %, já os azulejos comuns contemporâneos apresentam uma porosidade total entre 20 % e 35 % (Carasek, 1996; Botas, Veiga, & Velosa, 2012).

A dimensão dos poros do suporte condiciona a velocidade de absorção dos componentes da argamassa. A rede porosa correspondente à porosidade aberta é um meio contínuo no qual os poros de dimensões superiores contactam entre si através dos poros mais pequenos. Os poros apresentam dimensões variadas, sendo que, no caso da absorção e posterior aderência das argamassas, só os poros com poder capilar têm relevância, dado que são os únicos que conseguem succionar a água das argamassas. Existem na bibliografia algumas diferenças nos intervalos de dimensão correspondentes aos poros capilares (Rato 2006). A tabela 3 apresenta essas considerações.

Tabela 3 - Intervalos de dimensões de poros capilares

Estudo	Material	Poros capilares
Fitzner, 1994	Rochas	0,1 μm – 1000 μm
Coutinho & Gonçalves, 1997	Betão	0,1 μm – 10 μm
Carasek, 1996	Betão	0,1 μm – 20 μm
Pipilikaki & Beazi-Katsioti, 2009	Argamassas	0,01 μm - 10 μm

Os autores estão de acordo no limite inferior da dimensão dos poros capilares, contudo o limite superior revela diferenças significativas.

4.2.1.2 Sucção de água

A Sucção capilar é um fenómeno muito importante pois é através da migração da água da argamassa para o corpo poroso do suporte que se dá o transporte dos materiais dos componentes da argamassa que originam a ligação na interface.

A sucção capilar da argamassa ocorre através da molhagem da superfície do suporte e depende do potencial de sucção existente entre o suporte poroso (não saturado) e a argamassa (saturada). O transporte de fluido para a superfície do suporte faz diminuir o seu potencial de sucção e,

consequentemente, aumenta o potencial de sucção da argamassa. O processo continua até a diferença dos potenciais de sucção do suporte e argamassa ser aproximadamente zero. Este processo dá-se nas zonas mais próximas da interface argamassa/suporte. A sucção capilar é também o principal mecanismo responsável pelo transporte de material sólido até à interface, pela retração plástica da argamassa e pelo mecanismo de fluxo invertido (Sugo, Page, & Lawrence, 2001).

Para efeitos da relação com a aderência, a sucção capilar do suporte apresenta duas características muito importantes: a quantidade total de água absorvida e a velocidade de absorção. A velocidade de absorção é a característica mais influente no processo pois os materiais sólidos da argamassa só têm acesso à porosidade da interface do suporte.

Na literatura são encontrados muitos estudos sobre a absorção de água de muitos tipos de materiais porosos, rochas, solos, materiais pulverulentos, argamassas (Anand, Vasudevan, & Ramamurthy, 2003; Wilson, Hoff, & Hall, 1995; Wilson, Hoff, & Hall (2), 1995). A maioria desses estudos opta por tratar a absorção inicial de água pelo suporte entre duas opções, uma mais dinâmica e outra mais estática:

- Dinâmica: contempla uma absorção gradual e cálculo da evolução da absorção ao longo do tempo; esta teoria resulta da simplificação da equação de Darcy para fluxo de água não saturado em meio sólido e, em estudos internacionais, também é referida como “Sorbtivity”.

- Estática: contempla um único valor de absorção num certo intervalo de tempo. Exemplos desta abordagem são o IRA (Initial Rate of Absorption) e o IRS (Initial Rate of Suction).

O tratamento da absorção de água pela via dinâmica usa uma fórmula de cálculo de água absorvida dependente do tempo. A forma mais comum de se traduzir o fenómeno da absorção de água é através da Eq. 5.

$$m = K_S \cdot t^{1/2} \quad (5)$$

m – Água absorvida por um sólido poroso por unidade de superfície;

K_S – Coeficiente de capilaridade;

$t^{1/2}$ – Raiz quadrada do tempo.

A quantidade de água absorvida por um corpo sólido poroso aumenta com o aumento da raiz quadrada do tempo decorrido. Esta variação, representada graficamente, apresenta uma linha reta inicial, cuja inclinação se traduz no coeficiente de capilaridade K_S , e uma tendência final assintótica que se aproxima da máxima absorção do material (Gummerson, Hall, & Hoff, 1981; Hoffmann &

Niesel, 1988). Os autores provam que a microestrutura do sólido poroso revela uma importância determinante na sua capacidade de absorção. O coeficiente de capilaridade, juntamente com as variáveis microestruturais e as características materiais provam existir uma grande influência da porosidade e dos poros de maior dimensão (superior a 3 μm) no aumento de água absorvida pelo sólido poroso.

Taha et al., Gummerson et al., e Wilson et al. (Taha, El-Dieb, & Shrive, 2001; Gummerson, Hall, & Hoff, 1981; Wilson, Carter, & Hoff, 1999) propõem o uso do parâmetro “sorbptivity²”. Este parâmetro é um coeficiente de absorção de água que reflete o comportamento da sucção de água ao longo do tempo. A Sorbtivity, geralmente representada pela letra S, corresponde ao declive da reta representada num gráfico em que o volume de água absorvida por unidade de área de superfície corresponde às ordenadas e a raiz quadrada do tempo de absorção da água, corresponde às abcissas. O ensaio é descrito na bibliografia como uma ferramenta precisa que descreve a performance de absorção do suporte no período crítico do desenvolvimento da ligação argamassa-suporte.

Um grande número de investigadores dedicou os seus estudos à temática da aderência entre argamassas e suportes (na sua maioria tijolos cerâmicos), e tentou estabelecer relações entre a sucção dos tijolos e a aderência das argamassas. Após extensiva revisão da literatura existente, Goodwin e West (Goodwin & West, 1980) citados por Groot e Larbi (Groot & Larbi, 1999), chegaram à conclusão que o IRA teria de ser considerado como o fator singular mais importante na aderência.

Existem, como já referido, ensaios que definem o comportamento de absorção de água de uma forma estática, ou seja, através de um só valor de absorção num determinado período de tempo. Os ensaios mais conhecidos são o IRA e o IRS.

O IRA é um índice de sucção dos materiais (em tijolos cerâmicos, no caso dos estudos citados) muito simples de determinar. Representa a massa de água absorvida em um minuto pela superfície do tijolo que vai estar em contacto com a argamassa quando imergido a 3 mm de profundidade em água. Os valores do IRA são geralmente expressados em $\text{kg/m}^2/\text{min}$ (Groot C. J., 1995). O IRS, citado nos trabalhos de Wilson *et al.* (Wilson, Carter, & Hoff, 1999) é semelhante ao IRA, tanto no esquema de ensaio como no procedimento.

Wilson *et al.* (Wilson, Carter, & Hoff, 1999), no seu estudo comparativo entre as técnicas de cálculo da absorção de água sorbtivity e IRS chegam à conclusão de que um ensaio mais dinâmico traduz melhor o comportamento da absorção de água pelo material. Os resultados experimentais mostram

² - O termo inglês “sorbptivity” é usado para um novo método de avaliação da absorção capilar. Neste trabalho usar-se-á este termo Inglês.

uma evidente falta de exatidão de cálculo em relação ao IRS. O uso de um único valor de cálculo significa que os resultados são influenciados por erros experimentais iniciais provenientes da profundidade de imersão e do tempo inicial. No ensaio de sorbtivity, dado que é medido um incremento cumulativo da massa de água absorvida, a afetação dos erros é dispersada por todos os valores medidos. A sorptivity, é assim, segundo os autores, um ensaio de sucção capilar mais satisfatório.

A capacidade de sucção do suporte é muito importante na aderência das argamassas. Existem muitas indicações de valores ótimos de sucção com relação direta à aderência argamassa/suporte. Palmer e Parsons (Palmer & Parsons, 1934) no seu estudo envolvendo 50 misturas diferentes de argamassas e 5 diferentes tipos de tijolos referem que, na maioria das aplicações, para cada tipo de argamassa, a resistência de aderência era maximizada utilizando tijolos com determinados valores de sucção. O estudo da Structural Clay Products Institute (Structural Clay Products Institute, 1961) refere valores de sucção próximos dos referidos anteriormente. A publicação refere que a maximização da aderência argamassa/tijolo é feita com tijolos de sucção de 5-20 g/min.134cm². A publicação refere ainda que excedendo o valor de sucção de 60 g/min.134cm² a aderência é extremamente baixa.

4.2.2 Relação porosidade-aderência

A porosidade do suporte, através dos fenómenos de sucção de água e conseqüente material fino da argamassa que desencadeia, é muito importante no estudo da aderência. Nos próximos subcapítulos serão abordados os temas relacionados com os estudos de correlação entre a porosidade e a capacidade de sucção do suporte e a resistência de aderência com as argamassas. Em alguns estudos são estudados os indicadores anteriormente descritos (IRA, IRS e coeficiente de absorção de água) como bons indicadores da resistência de aderência das argamassas a suportes com essas características. Na Austrália, o IRA é usado como um bom indicador para a previsão da resistência de aderência, enquanto que no Reino Unido o ensaio usado é o de absorção total de água (Lawrence & So, 1994).

4.2.2.1 Absorção de água livre e relação sucção de água/ tensão de aderência

O transporte de água da argamassa para o suporte tem uma grande influência na resistência de aderência argamassa/suporte. Alguns autores, como Paes *et al.* (Paes, Bauer, Carasek, & Pavon, 2014) dizem inclusive que existe uma correlação direta entre estes dois fatores.

O fluxo de transporte da água da argamassa para o suporte é mais intenso nos momentos iniciais, possivelmente pela maior tensão de sucção inicial do suporte e pela maior mobilidade da água (Bauer, Paes, Silva, & Kraus, 2012).

Baker et al., Groot e Larbi e Goodwin e West (Baker, Lawrence, & Page, 1991; Groot & Larbi, 1999; Goodwin & West, 1980) afirmam que o valor do IRA é indicador da aderência proporcionada pelo suporte. O manual Australiano da alvenaria recomenda valores ótimos de IRA de 0,5 a 1,5 kg/m².min dos tijolos usados por forma a maximizar a tensão de aderência com as argamassas (Baker, Lawrence, & Page, 1991).

Os valores do IRA em tijolos cerâmicos variam significativamente entre tijolos de baixa sucção (IRA \approx 0.5 kg/m²/min) e tijolos de alta sucção (IRA \approx 3-4 kg/m²/min). Existem ainda tijolos com IRA mais elevado de 10-12 kg/m²/min (Groot & Larbi, 1999). Os valores de IRA mais desejáveis, segundo Goodwin e West (Goodwin & West, 1980), estão no intervalo 0.8-1.2 kg/m²/min. São estes os valores de IRA que maximizaram os valores da tensão de aderência tijolo/argamassa segundo estes autores.

Groot e Larbi (Groot & Larbi, 1999) desenvolveram um trabalho para avaliar a relação IRA – Resistência de aderência. Foram usados 6 tijolos com diferentes características porosas, e consequentemente, diferentes valores de IRA. Foram usadas duas argamassas (PC – Argamassa de cimento; MC – Argamassas de cimento e cal aérea). Os autores enunciam que a suposta ligação entre o IRA e a resistência de aderência se deve à noção de que o IRA mede a água absorvida da argamassa pelo suporte. Segundo os autores, a quantidade de água perdida pela argamassa é subsequentemente um indicador do desenvolvimento de uma boa aderência. Estes pressupostos fazem com que: 1) uma pequena perda de água da argamassa faça com que não se desenvolvam condições para uma ligação satisfatória, pois na interface é formada uma camada de água fazendo com que, a médio prazo, depois da sua evaporação, a interface fique com uma grande porosidade; 2) uma grande perda de água da argamassa não crie condições de hidratação; 3) exista um valor ótimo de absorção que maximiza a aderência. As figuras 11 e 12 mostram, respectivamente, o gráfico tendencial esperado pelos autores e o gráfico obtido através do estudo.

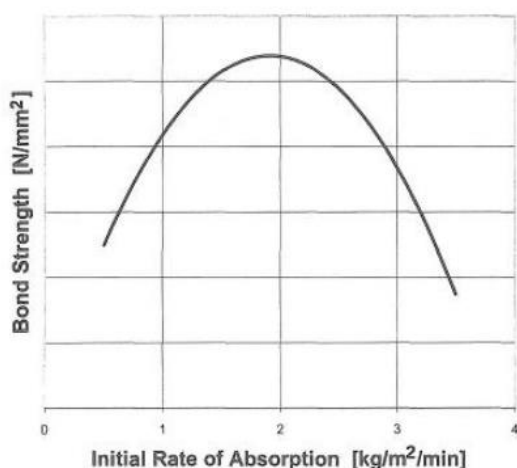


Figura 11 - Relação IRA/ resistência de aderência esperada pelos autores (Groot & Larbi, 1999)

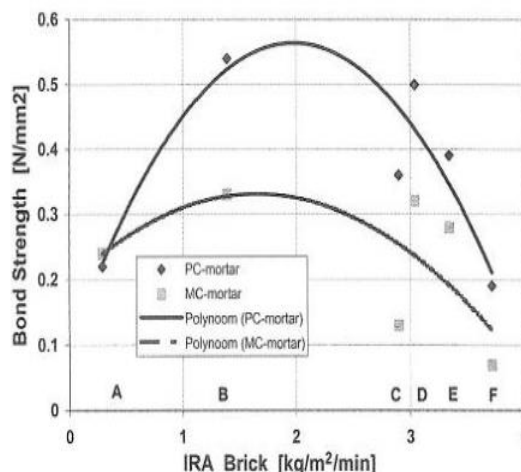


Figura 12 - Relação IRA/ resistência de aderência obtida pelos autores (Groot & Larbi, 1999)

Os autores verificaram que existe, com as condições de ensaio existentes e materiais usados, uma relação entre o IRA e a resistência de aderência, mas, através de análises microscópicas das interfaces argamassa/tijolo, conjugadas com uma análise da teoria da pressão capilar, concluíram também que existem diferenças significativas nos valores de tensão de aderência argamassa/tijolo em tijolos com valores de IRA semelhantes. Musteliet *et al.* (Mustelier, Rocha, & Cheriaf, 2013) corroboram esta afirmação, enunciando que estas diferenças poderão ser causadas pelo fenômeno de fluxo invertido³ (fenômeno que ocorre parcialmente depois da hidratação da argamassa, caso os tijolos possuam poros grosseiros cheios de água).

Os autores Lawrence e So (Lawrence & So, 1994) concluíram que, para os três tipos de tijolos usados no seu trabalho (1: IRA= 0,39 Kg/m².min; 2: IRA= 3,00 Kg/m².min; 3: IRA= 7,36 Kg/m².min) foram os tijolos com valor de IRA intermédio que obtiveram valores de tensão de aderência superiores, figura 13. A figura representa a relação do IRA com a resistência de aderência de várias misturas de argamassa. A coluna de resultados onde os valores de aderência das várias composições são superiores corresponde aos tijolos de IRA intermédio.

³ - Tradução feita pelo autor da expressão “flow reversal”.

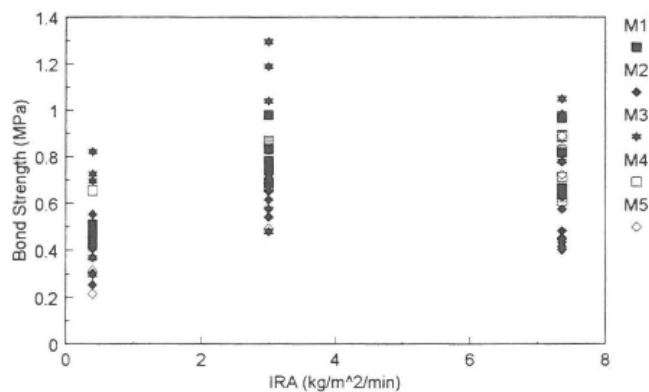


Figura 13 - Relação IRA/resistência de aderência (Lawrence & So, 1994).

Existem autores que não concordam com esta indicação tão específica dada pelo IRA. Yorkdale (Yorkdale, 1982) conclui, da comparação de resultados da capacidade de aderência de tijolos cerâmicos, que não existe justificção para incluir recomendações específicas do IRA, mas sim, os valores de IRA serem aspetos a serem tomados em conta qualitativamente na futura aderência com as argamassas.

Carasek (Carasek, 1996) estudou a relação entre a resistência de aderência e os parâmetros IRS e coeficiente de absorção de água do suporte. O estudo contemplou a verificação da possível relação com base na aplicação de várias composições de argamassas em suportes de diferentes características. A autora concluiu que, de uma maneira geral, a resistência de aderência não apresentou um comportamento definido em relação ao IRS. Apenas uma composição de argamassa parece aparentar um comportamento descrito por um polinómio, mas não se conseguindo estender a tendência para as restantes aplicações. A autora notou que, em algumas aplicações, as resistências de aderência mantiveram-se constantes apesar da grande variação da sucção por parte do suporte. A explicação desta situação é devida à forte capacidade de retenção de água atribuída às argamassas usadas. Foi testada também a relação entre a resistência de aderência e o coeficiente de absorção de água do suporte que representa a velocidade de absorção ao longo do tempo. A autora concluiu que, para nenhuma das combinações foi obtida uma tendência significativa, demonstrando assim que o parâmetro analisado isoladamente, não é adequado para explicar a influência do suporte na resistência de aderência.

4.2.2.2 Relação entre a argamassa e os poros do suporte

Os autores Paes *et al.* (Paes, Bauer, Carasek, & Pavon, 2014) referem que a quantidade de água transportada da argamassa para o suporte não tem uma relação direta com a porosidade total do

suporte, e por essa razão, não pode ser estimada pela quantidade total de absorção do suporte. O fluxo de água argamassa-suporte depende do tamanho dos poros e da sua conectividade.

O estudo sobre a sucção de água do suporte e o comportamento de absorção da estrutura porosa, relacionado com a aderência, é muito interessante e permite estudar os fenômenos de transporte ocorridos nos materiais. Contudo as reações na interface argamassa/suporte não se resumem apenas à troca de água entre os materiais. A interação do suporte poroso com a argamassa no seu estado fresco é bem mais complexa do que a sua interação com a água livre. Esta complexidade levou a que alguns autores desenvolvessem teorias para, através da modelação do comportamento dos materiais, representar esta interação. Detriche *et al.* (Detriche, Gallias, Grandet, & Maso, 1985), no modelo proposto, definem o fluxo de água entre a argamassa e o suporte como fazendo parte da interação de dois sistemas de poros.

O suporte é modelado através de um conjunto de tubos cilíndricos abertos, paralelos entre si, independentes, perpendiculares à superfície da argamassa, inicialmente vazios e de raios constantes ao longo do tempo. A argamassa no seu estado plástico também é considerada como um sistema de poros. A sua modelação também prevê uma estrutura de tubos cilíndricos independentes, mas estes preenchidos com água, pois a argamassa apresenta um “esqueleto” formado pelo ligante e agregado com espaços intergranulares (porosidade) preenchidos com água (Dupin, Detriche e Maso 1988, Carasek 1996).

O modelo apresentado indica que, enquanto os raios médios dos capilares do suporte forem inferiores aos dos capilares da argamassa, o movimento de água efetua-se da argamassa para o suporte. Esta saída de água da argamassa causa uma depressão nos seus capilares originando o aperto da matéria sólida com conseqüente retração (Détriché, Gallias, Grandet, & Maso, 1984). O resultado desta ação é a diminuição dos capilares da argamassa. Este fenómeno dá-se até os capilares dos dois materiais atingirem o mesmo tamanho, caso existam condições físicas para que isso aconteça (disponibilidade porosimétrica do suporte para receber água e/ou uma quantidade de água suficiente na argamassa).

Helena Carasek (Carasek, 1996) estudou a relação entre 3 tipos de argamassas e o diâmetro médio dos poros do suporte. Para cada tipo de argamassa (6 composições de argamassas no total) foi obtida uma tendência distinta. Nos dois tipos de aplicação com argamassas cimentícias com traço semelhante, a resistência de aderência tendeu a crescer linearmente com o aumento do tamanho dos poros do suporte. Nas aplicações de argamassa rica em cal aérea, a autora diz parecer existir um valor ótimo de diâmetro médio de poros do suporte, neste caso aproximadamente $0.08\mu\text{m}$, que maximiza a tensão de aderência. As aplicações com argamassas industrializadas não revelaram nenhuma tendência na relação entre a aderência e o diâmetro médio dos poros do suporte.

O estudo de Lawrence *et al.* (Lawrence, Walker, & Zhou, 2010) tece considerações muito interessantes acerca da relação entre os componentes da argamassa que proporcionam uma boa ligação ao suporte e a porosidade do suporte. O estudo é realizado com argamassas de cal hidráulica e tijolos cerâmicos. O estudo indica que os cristais de hidróxido de cálcio da argamassa (responsáveis pela componente aérea do endurecimento da argamassa) apresentam uma variação de tamanho entre 1 e 10 μ m e os cristais de carbonato de cálcio entre 0,1 e 0,001 μ m. Os autores afirmam que o tamanho dos poros apresentados pelos tijolos na interface deve ser o suficiente para uma boa penetração e cristalização do hidróxido de cálcio. Os cristais de silicatos de cálcio (responsáveis pela componente hidráulica do endurecimento da argamassa) apresentam tamanhos inferiores, entre 0,1 e 0,001 μ m. Os valores de resistência de aderência do estudo foram superiores com o uso de tijolos com maior percentagem de poros mais pequenos na interface, devido ao facto dos componentes hidráulicos providenciarem uma ligação mais forte e de penetrarem em maior quantidade em relação ao uso de tijolos com poros de tamanhos maiores na interface, pois é bloqueada a entrada pelos componentes de maior dimensão (Hidróxido de cálcio) que providenciaria uma ligação mais fraca.

Os autores Yates *et al.* (Yates, Martin-Luego, Cornejo, & Gonzalez, 1994) realizaram um estudo muito interessante sobre a relação entre a porosidade total e tamanho dos poros de ladrilhos e a sua tensão de aderência com argamassas cimentícias. Os autores usaram dois tipos de azulejos cujo critério de escolha foi a diferente capacidade total de absorção de água. Foram realizados ensaios de absorção de água e porosimetria de mercúrio aos ladrilhos e de tensão de aderência dos ladrilhos com argamassas cimentícias. A tabela 4 mostra alguns resultados do estudo supracitado.

Tabela 4 - Tensão de aderência argamassa/ladrilho e características porosas dos ladrilhos (Yates, Martin-Luego, Cornejo, & Gonzalez, 1994)⁴

	Argamassas	Azulejos	
		Azulejo 1	Azulejo 2
Tensão de aderência (MPa)	Argamassa de colagem de azulejos	0.41	0.39
	Argamassa 1:3	<0.04	0.32
	Argamassa 1:5	0.09	0.15
	Argamassa 1:7	<0.04	0.08
	Argamassa 1:9	<0.04	0.04
Volume de poros (cm³/g)		0.15	0.06
Raio médio dos poros (μm)		0.42	0.84

⁴ - Os valores de tensão de aderência apresentados em MPa foram convertidos da grandeza Kp/cm² do documento original. O traço das argamassas apresentadas é mássico. A diferença dos azulejos é a sua estrutura porosa.

Os dois azulejos apresentam uma grande diferença tanto no seu volume de poros como no raio médio de poros. Esta diferença fez com que o autor afirmasse que, e ao contrário da maioria dos trabalhos semelhantes até então realizados, os quais caracterizavam a porosidade dos azulejos apenas com ensaios de absorção de água, o tamanho dos poros poderia ser um fator preponderante na interação dos materiais. Posteriormente a estes ensaios porométricos, o autor realizou ensaios de tensão de aderência, também mostrados na tabela 4. Os resultados da tensão de aderência confirmam esta hipótese. As argamassas apresentam uma tensão de aderência superior aos azulejos que possuem maiores raios médios de poros e não aos azulejos que possuem maior volume de poros. É importante referir que a argamassa específica de colagem de azulejos apresenta valores semelhantes nos dois tipos de azulejos, provavelmente por ter um mecanismo de aderência predominantemente químico, devido à resina que contém.

4.2.2.3 Pré-tratamentos do suporte

4.2.2.3.1 Alteração humidimétrica

A humidade e a temperatura do suporte influenciam a aderência pois introduzem fatores de variação que modificam a conexão dos materiais. A aplicação de argamassas em suportes com temperaturas altas pode propiciar a evaporação de grande parte da água da argamassa no momento do contacto com o suporte. O decréscimo de água disponível leva a uma menor sucção por parte do suporte e menor quantidade de água disponível para a hidratação do ligante (no caso de ligantes hidráulicos), condições essenciais à promoção de uma boa ligação.

A humidade do suporte pode ajudar a criar uma ligação mais forte. Em argamassas aplicadas em suportes secos de porosidade elevada, a água na interface argamassa/suporte é rapidamente absorvida e, em alguns casos, as condições de forma a estabelecer uma boa conexão entre os dois materiais não existem porque ocorre uma dessecação da argamassa na interface; os componentes hidráulicos (ligantes hidráulicos) e/ou o hidróxido de cálcio (ligantes aéreos) não são dispersos na água e não são garantidas as condições para uma fácil penetração na porosidade do suporte. A figura 14 mostra a fraca ligação proporcionada por aplicação de uma argamassa de cal aérea num azulejo seco de porosidade elevada: a rotura foi adesiva e existem poucos pontos de ligação estabelecidos pela argamassa.



Figura 14 – Rotura adesiva pela interface azulejo/argamassa

Se o suporte contiver um determinado teor de humidade, são melhoradas as condições de penetração dos componentes da argamassa na sua porosidade e poderá ser promovida uma adequada hidratação e/ou carbonatação por forma a estabelecer uma ligação forte (Botas, Veiga, & Velosa, 2013). Os autores apresentam como teoria alternativa a consequência no tamanho dos poros causada pelo aumento de humidade no suporte. Um aumento de humidade no suporte reduz o tamanho efetivo dos seus poros criando uma pressão de sucção superior e diminuindo a velocidade de penetração, permitindo assim que se estabeleça uma ligação mais forte.

O estudo de Groot respeitante a quantificação e monitorização dos fluxos de água entre tijolos e argamassas após aplicação (Groot C. J., 1995) revela que, e ao contrário do afirmado pelo autor anterior, o fluxo inicial de água perdido pela argamassa não varia significativamente com o pré-humedecimento dos tijolos. Consequentemente, de acordo com esse autor, os fenómenos de transferência inicial de água não são afetados pelas condições húmidas do suporte.

Helena Carasek (Carasek, 1996) testou a influência do teor de água do suporte na resistência de aderência de argamassas cimentícias. A autora dividiu os teores de humidade em três grupos distintos: Seco, humidade baixa e humidade alta. Aplicando as mesmas argamassas nas mesmas condições em suportes com teores de humidade diferentes, obteve diferentes resistências de aderência. O efeito geral, segundo os ensaios efetuados pela autora, é a redução da resistência de aderência à medida que se aumenta o teor de humidade no suporte. No entanto, cada tipo de suporte apresenta um comportamento individual diferenciado em relação a esta variação. Crê-se que as características porosas do suporte tenham, nesta situação, uma grande importância.

4.2.2.3.2. Outras alterações

As condições do suporte são muito importantes no desenvolvimento da aderência com a argamassa. Tanto as condições físicas que advêm da produção das peças como outros fatores externos como sujidades ou tratamentos superficiais poderão ter influência na ligação com a argamassa. A existência de poeiras, gorduras, sujidades, etc, podem contribuir para a modificação da argamassa na zona de contacto e fazer com que não se proporcione uma boa ligação na interface argamassa/suporte (Carvalho JR, Brandão, & Freitas, 2005).

A temperatura de cozedura dos tijolos cerâmicos tem uma grande influência nos resultados de aderência à tração entre estes e argamassas bastardas. Tijolos cerâmicos com uma temperatura de queima baixa (700 e 800°C) apresentam valores de baixa absorção capilar de água e menores valores de tensão de aderência à tração às argamassas em relação a tijolos cerâmicos cozidos a temperaturas mais elevadas (900 e 1000°C) (Pagnussat & Masuelo, 2011).

Pagnussat e Masuelo (Pagnussat & Masuelo, 2011) no seu estudo sobre aderência de argamassas bastardas e tijolos cerâmicos, preconizaram um ensaio que visou o estudo comparativo da aderência entre superfície sem tratamento e superfície com um tratamento de parafina restritivo à entrada de água nos tijolos. No tijolo sem tratamento a argamassa foi aplicada normalmente; no tijolo com tratamento foi aplicada parafina em faixas que cobriam 50 % da área do provete. Foi observado, como esperado, que a restrição da penetração da pasta de argamassa influencia negativamente os valores de resistência à tração, apesar do contacto da argamassa nessa região ter sido pleno.

A aplicação prévia de pequenas camadas de argamassa pode também melhorar a aderência da argamassa posterior. Um estudo de avaliação de aderência de uma argamassa industrializada para rebocos aplicada em 3 diferentes suportes (betão, tijolo cerâmico e bloco cerâmico maciço) de Kazmierczak *et al.* (Kazmierczak, Brezezinski, & Collatto, 2007) concluiu que a preparação do suporte com uma camada de salpico de argamassa cimentícia fez aumentar a resistência de aderência argamassa/suporte. Em algumas combinações o aumento foi na ordem dos 100%.

Scartezini *et al.* (Scartezini, et al., 2002), estudaram a influência do tratamento do suporte antes da aplicação da argamassa de reboco. Foi aplicada uma argamassa industrializada de ligantes cimento e cal aérea sobre a alvenaria com os seguintes pré-tratamentos: 1) sem tratamento; 2) aplicação de uma solução saturada de hidróxido de cálcio; 3) aplicação de Salpico de argamassa cimentícia comum; 4) aplicação de salpico com polímero de base acetato; 5) aplicação de salpico com polímero de base estireno. Os resultados encontram-se esquematizados na tabela 5.

Tabela 5 - Coeficiente de absorção capilar dos e resistência de aderência dos revestimentos de argamassa aplicados com os respectivos pré-tratamentos (Scartezini, et al., 2002)

Pré-tratamentos	Coeficiente de absorção capilar (cm³/min)	Resistência de aderência (MPa)
1 - Sem tratamento	0.11	0.15
2-Solução saturada de hidróxido de cálcio	Não realizado devido a condições de ensaio	0.08
3 - Salpico comum	0.56	0.25
4 – Salpico com polímero de base acetato	0.20	0.22
5 – Salpico com polímero de base estireno	0.05	0.18

A Tabela 5 mostra que os diferentes pré-tratamentos do suporte alteram as suas características com relação à absorção de água, que se traduz numa mudança comportamental do mecanismo de aderência argamassa/suporte. O uso de salpico melhora a resistência de aderência da argamassa ao suporte, sendo o salpico comum o maximizador desta característica. Os autores justificam que o facto de os salpicos com polímeros não obterem melhores resultados se deveu às suas características de impermeabilidade. Este estudo mostra que o aumento do coeficiente de absorção de água do suporte leva ao aumento da resistência de aderência da argamassa.

4.2.3 Rugosidade

A rugosidade do suporte é uma característica muito importante na aderência das argamassas aos suportes (Satoh & Yamada, 2016; Pagnussat & Masuelo, 2011). Uma superfície rugosa, conjugada com uma boa fluidez da argamassa proporcionadora de um bom espalhamento na superfície do suporte preenchendo a maiorias das reentrâncias e uma boa retenção por forma a não ser perdida água muito rapidamente e não dar origem a fissuras por retração, aumenta a sua capacidade de aderência.

A relação entre a rugosidade superficial e a aderência não é muito simples. O perfil superficial ótimo da superfície varia consoante as características das argamassas e depende também da pressão aplicada na argamassa aquando da sua aplicação. O aumento da área de contacto argamassa/suporte

é o efeito positivo de uma rugosidade superficial superior. O aumento desta área resulta no aumento das ligações intermoleculares, promovendo a aderência mecânica (Baldan, 2012). Uma forma de melhorar a capacidade de aderência das argamassas aplicadas é aumentar a rugosidade superficial do suporte (Scartezini, *et al.*, 2002). Apesar das afirmações anteriores, a autora Carasek (Carasek, 1996) no seu estudo de aderência de argamassas de ligantes hidráulicos com tijolos cerâmicos, revela que nem sempre se pode assumir que uma rugosidade superior do suporte cause efeitos positivos na aderência das argamassas. De facto, uma rugosidade descontínua e com reentrâncias que não permitam ou dificultem a passagem dos produtos da argamassa para a porosidade do suporte poderá prejudicar a ligação.

4.3 Influência das argamassas na aderência

4.3.1 Composição e materiais constituintes

4.3.1.1. Ligantes

Os ligantes têm uma extrema importância nas características das argamassas e conseqüentemente na resistência de aderência por elas proporcionada. Alguns autores afirmam que argamassas cimentícias com uma maior quantidade de cimento proporcionam tensões de aderência superiores (Yates, Martin-Luego, Cornejo, & Gonzalez, 1994). Os autores anteriores no seu estudo de aderência entre argamassas cimentícias (traço mássico l/a de 1:3, 1:5, 1:7, 1:9 e uma argamassa pré-doseada de assentamento de azulejos) e suportes variados (blocos de terra, argamassa de cimento e azulejos) revelam que a máxima tensão de aderência argamassa/suporte foi obtida nas aplicações com argamassa pré-doseada de assentamento de azulejos, seguida das argamassas com traço mais rico em cimento. Este resultado foi o esperado pois a argamassa pré-doseada possuía componentes (resinas) para melhoramento da aderência. Coutinho (A. d. Coutinho 1997) afirma que a aderência de argamassas cimentícias aumenta com o aumento de teor de cimento na mistura. Quando a aderência é ensaiada em argamassas com grandes gamas de variação da quantidade de cimento na mistura, naturalmente este parâmetro, como parâmetro fundamental na influência da resistência de aderência, é preponderante em relação aos demais. É frequente acontecer o equívoco da assunção de que, sempre que se muda a mistura adicionando-se-lhe uma quantidade de ligante superior em detrimento do agregado, a sua tensão de aderência aumenta, apesar de existirem evidências de que essa alteração na composição não corresponda a uma tendência sempre verificada (Lawrence & So, 1994). Os autores anteriores, no seu trabalho de comparação de valores de tensão de aderência entre argamassas e tijolos cerâmicos, chegaram à conclusão de que a introdução de cal aérea na mistura, a partir de

uma certa quantidade, fez diminuir os valores de tensão de aderência. Apesar desta tendência os autores evidenciam que a argamassa que proporcionou os valores mais consistentes com as diferentes areias usadas foi a que apresentava uma composição de cimento e cal aérea em iguais proporções volumétricas na mistura.

A característica aderência é muito influenciada pelos ligantes na mistura de argamassa. Palmer e Parsons (Palmer & Parsons, 1934) referem que, para aplicações de argamassas em tijolos de sucção baixa a moderada, a resistência de aderência aumenta com o aumento de cimento Portland na mistura; contudo, para os casos das aplicações em tijolos de alta sucção (geralmente acima de 60g por minuto), a resistência de aderência das argamassas com ligante único cimentício, são inferiores às argamassas com maior quantidade de cal aérea na sua composição.

As argamassas com uma grande quantidade de cal aérea têm menores resistências mecânicas, são menos rígidas e estão sujeitas a um menor grau de fissuração que as argamassas de cimento (Botas, 2009). Estas fissuras ocorrem durante o endurecimento, como resultado da retração e da compactação das argamassas, ou depois do endurecimento, devido à mudança cíclica de volume (humedecimento/secagem) e movimentos das paredes. Estas argamassas foram as usadas nas fachadas azulejadas antigas existentes.

As argamassas de cal aérea apresentam reduzidos módulos de elasticidade. Estas argamassas, devido a possuírem inferiores resistências mecânicas em relação às argamassas de cimento, quando submetidas a ensaios de aderência por tração com outros materiais apresentam, muitas vezes, a tendência de rotura pelo seu corpo (coesiva) e não pela interface (adesiva).

4.3.1.2 Agregados

Não existem muitos estudos que relacionem diretamente os agregados das argamassas de cal aérea com a tensão de aderência. A maioria dos estudos fazem referência à influência dos agregados no transporte de água da argamassa para o suporte após contacto dos dois materiais. Estes estudos afirmam que as argamassas com partículas de tamanhos maiores facilitam o transporte da água do suporte para a argamassa (Paes, Bauer, Carasek, & Pavon, 2014).

O aumento da quantidade de agregado na mistura de argamassas bastardas de cimento, cal aérea e areia resulta na deterioração da aderência argamassa/tijolo (Papaioannou, Argyropoulou, Tachos, & Markantonis, 2015).

Os autores Reddy e Gupta (Reddy e Gupta, 2007) tiram algumas conclusões interessantes do seu trabalho acerca da aderência de argamassas de cimento e cal aérea com blocos de solo-cimento. Os

valores da tensão de aderência entre as argamassas e os blocos ficaram compreendidos no intervalo 0,08-0,25 MPa com as diferentes graduações de areia usadas. Os autores relatam que, no caso das argamassas de cimento, o valor da tensão de aderência apresenta um decréscimo de 56 % quando é usada uma areia de granulometria fina em relação à areia de granulometria grosseira. No caso das argamassas de cimento e cal aérea nota-se que não existe uma grande diferença nos valores obtidos com as areias de granulometria grosseira e média, mas os valores decrescem cerca de 60 % quando é usada a areia de granulometria fina. Através destes dados os autores concluem que, para os materiais usados, uma granulometria mais fina da areia provoca uma redução da tensão de aderência dos materiais.

4.3.1.3 Água

A água é um elemento determinante nos processos que envolvem a aderência das argamassas ao suporte. A quantidade de água na mistura da argamassa determinará a sua trabalhabilidade, a capacidade de espalhamento na superfície do suporte e a interligação física com o suporte.

A trabalhabilidade deve ser garantida pelo uso de uma quantidade de água na mistura que propicie um bom manuseamento da argamassa e uma correta aplicação dos azulejos na fachada. A argamassa aplicada deverá ter uma trabalhabilidade tal que, ainda fresca, fique aderente ao azulejo e ao suporte, sem apresentar escorrências.

A argamassa deverá conter uma quantidade de água que proporcione um bom espalhamento e cobertura de toda a área do suporte onde irá ser aplicada. No caso de assentamento de azulejos, deverá, após ser aplicada no azulejo e no suporte, e mediante os procedimentos de assentamento, nomeadamente a pressão do azulejo na direção do suporte, preencher a maioria das reentrâncias da rugosidade da superfície dos materiais.

A água é a responsável pela interligação entre a argamassa e o suporte. É o “veículo” que transporta os componentes físicos que, depois de endurecidos, proporcionam a ligação entre os dois materiais. A argamassa deverá ter uma quantidade de água suficiente que proporcione o transporte da matéria fina para a porosidade de interface do suporte. Uma quantidade de água na argamassa inferior ao adequado não proporcionará a troca de componentes e a ligação constitui-se de uma forma deficiente ou até inexistente. Uma quantidade de água superior ao adequado causa a existência de uma quantidade de água excessiva na interface, prejudicando a ligação.

Os aspetos relacionados com a água foram já abordados numa perspetiva da interligação com o suporte, no capítulo 3.2.

4.3.1.4 Aditivos e adjuvantes - Pozolanas

Os aditivos ou adições e adjuvantes são introduzidos nas composições das argamassas com o objetivo de melhorar as suas propriedades para os trabalhos específicos para os quais forem formuladas. Existem diversos tipos de aditivos ou adições de diferentes naturezas. Só as adições pozolânicas serão abordadas pois foram as únicas usadas no trabalho.

As adições pozolânicas são muito importantes nas argamassas de cal aérea. Alguns dos objetivos da introdução destes componentes na mistura são o aumento da resistência mecânica, o proporcionar condições de cura em ambientes nos quais as argamassas simples não sejam eficazes. O estabelecimento de proporções adequadas de adições pozolânicas, em argamassas de cal aérea, poderá proporcionar um melhoramento das suas características mecânicas sem modificar excessivamente as suas principais características (Arizzi & Cultrone, 2012). Os autores afirmam que este aspeto é crucial na escolha das argamassas de cal aérea aplicadas em trabalhos de conservação e demonstraram que é possível ultrapassar alguns dos inconvenientes da aplicação das argamassas de cal aérea (por exemplo, o lento endurecimento) por via do uso de adições em proporções adequadas. Li e Wu (Li & Wu, 2005) corroboram a opinião anterior e confirmam, através do seu estudo com introdução de cinzas volantes em argamassas de cimento e cal aérea, que a introdução de adições pozolânicas (neste caso cinzas volantes) melhora o comportamento mecânico, e neste caso específico, a aderência à tração tijolo/argamassa. Veiga *et al.* (Veiga, Velosa e Magalhães 2009) no seu trabalho sobre aplicação de argamassas em clima marítimo concluíram que o uso de pozolanas melhora as características físicas e mecânicas das argamassas, não comprometendo a sua compatibilidade com o suporte.

Um estudo de Mestrado de Corrêa (Corrêa 2011) avaliou a influência da introdução de metacaulino em argamassas de cal aérea na resistência de aderência à tração com placas cerâmicas. Foram usadas, em composições de argamassa de traço ligante agregado 1:3 em volume, percentagens de metacaulino (em substituição do volume de cal) de 0 %, 5 %, 10 % e 15 %. A autora refere que os valores da resistência de aderência foram, em geral, muito baixos (0 % - 0,014 MPa; 5 % - 0,018 MPa; 10% - 0,048 MPa; 14% - 0,051 MPa). Verificou-se que o aumento da percentagem de metacaulino na mistura proporciona o aumento da resistência de aderência com as placas cerâmicas.

Martins (Martins A. I., 2010) desenvolveu várias composições de argamassas de cal aérea de traço volumétrico l/a de 1:3 e cal aérea com metacaulino (substituição de 20% do ligante, em massa) com o mesmo traço volumétrico. Foi realizado um ensaio de aderência destas argamassas com tijolos cerâmicos comumente usados na construção. A autora reporta que os valores de tensão de aderência médios foram baixos (argamassa com metacaulino: 0,20 MPa e argamassa sem metacaulino: 0,015

MPa) devido ao facto de o suporte ser um tijolo cerâmico, com condições de aderência muito diferentes de um suporte de alvenaria antiga, mais rugoso e poroso. Apesar da diferença não ser muito significativa, as argamassas com metacaulino apresentaram valores de tensão de aderência superiores em relação às restantes composições de cal aérea.

A influência da introdução de pozolanas na resistência de aderência de argamassas foi estudada por Taha e Shrive (Taha & Shrive, 2001). Foram estudadas quatro composições diferentes: N – Argamassa de cimento Portland corrente, cal hidratada e areia; FF – Argamassa de cimento Portland corrente, cal hidratada, cinzas volantes tipo F⁵ e areia; CF – Argamassa de cimento Portland corrente, cal hidratada, cinzas volantes do tipo C e areia; SL – Cimento de escórias de alto-forno, cal hidratada e areia. As cinzas foram introduzidas na mistura substituindo o cimento Portland e a cal hidratada em iguais proporções.

Os autores afirmam que a resistência de aderência a longo prazo é melhorada com a adição de cinzas volantes à mistura. A figura 15 mostra que as cinzas volantes de classe F podem ser usadas para melhorar a resistência de aderência de argamassas a médio prazo. Ambos os materiais podem significar um melhor custo-benefício, durabilidade superior e conservação ambiental em relação às argamassas sem estes componentes. O uso de cimento de escórias de alto-forno reduz significativamente a resistência de aderência até um período de cura de 90 dias, mas posteriormente a este tempo de cura, atinge valores ligeiramente superiores aos 180 dias em relação à argamassa de cimento Portland comum.

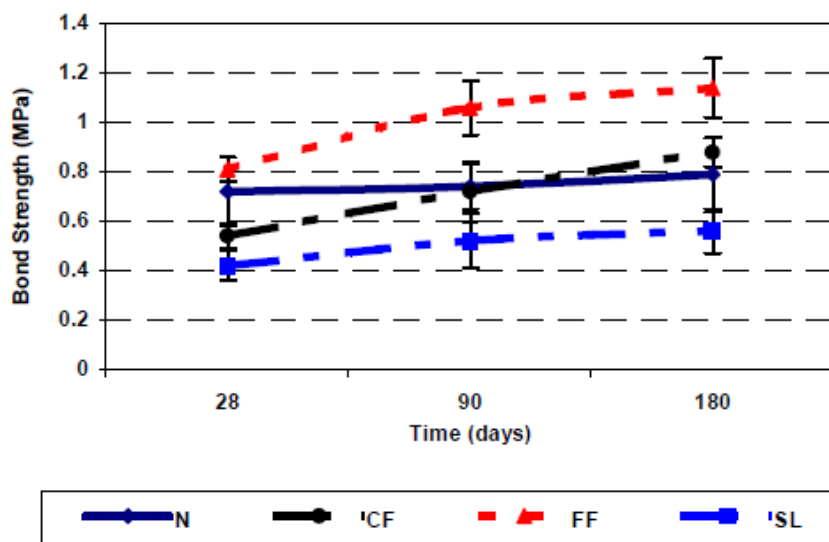


Figura 15 - Evolução da resistência de aderência das argamassas (Taha & Shrive, 2001)

⁵ - A classificação das cinzas volantes é dada pela Norma ASTM 618-95-1995. A principal diferença entre as cinzas de classe C e F, segundo os autores, é a quantidade de Cálcio. As de tipo F têm uma quantidade superior de Cálcio.

Os autores do mesmo estudo referem ainda que o efeito das pozolanas na resistência de aderência das argamassas não pode ser exclusivamente atribuído à reatividade pozolânica de cada composto. A incorporação de pozolanas nas argamassas afeta outros fatores tais como a quantidade de água de amassadura, retentividade da água e o efeito de parede entre a argamassa e as unidades de alvenaria. A reatividade pozolânica destes compostos é muito importante, mas os outros fatores não poderão ser negligenciados aquando da seleção das pozolanas mais adequadas para uma mistura específica de argamassa.

4.3.2 Características

4.3.2.1 Traço

O traço da mistura de argamassa tem um contributo determinante na sua tensão de aderência.

O estudo, já antigo, da Structural Clay Products Institute, refere que, por forma a maximizar os valores da resistência de aderência argamassa/tijolo, se deve usar um rácio cal/cimento nas misturas entre 1 e 1/4. Esta publicação recomenda um traço cimento:cal:agregado de 1:0,5:4,5 por forma a maximizar a resistência de aderência com tijolos; é de realçar que a publicação deixa claro que, à data, os resultados existentes eram inconclusivos (Structural Clay Products Institute, 1961). De qualquer forma, os traços recomendados de argamassas por forma a propiciar boas ligações com os suportes dependem dos materiais e suportes a usar.

A maioria dos autores refere que o traço l/a das argamassas é muito importante na característica de aderência ao suporte. Apesar de a maioria dos autores considerar que traços mais fortes em ligante hidráulico proporcionam superiores resistências de aderência ao suporte, são verificadas na literatura outras tendências quando são usados traços mistos de cimento Portland e cal aérea, como já referido na secção “Ligantes”. Numa certa gama de traços l/a, a introdução de cal aérea na mistura faz subir os valores da resistência de aderência (Carasek, 1996). Os autores referem que o efeito aglomerante da cal contribui para o aumento dos valores da resistência de aderência, e que fatores como a melhoria da trabalhabilidade e o aumento da capacidade de retenção de água propiciados pela cal, também contribuem para esta tendência.

No respeitante às argamassas de cal hidráulica, um aumento da proporção de cal hidráulica na mistura, por forma ao traço ficar mais forte, resulta num acréscimo dos valores de tensão de aderência argamassa/tijolo cerâmico na gama de valores estudada no trabalho de Lawrence *et al.* (Lawrence, Walker, & Zhou, 2010).

Apesar do fator da variação do traço l/a ter sido dos mais estudados ao longo dos anos, o aprofundamento nestas matérias e especificamente a supracitada, necessita de mais avanços científicos, principalmente quando é introduzido mais do que um ligante na mistura.

4.3.2.2 *Trabalhabilidade*

Baker, no seu trabalho sobre os fatores que afetam a tensão de aderência de alvenaria de tijolo com argamassas bastardas, (Baker L. R., 1979), concluiu que o máximo valor de tensão de aderência se verificou nas argamassas com a consistência mais fluida.

É geralmente aceite que a resistência de aderência aumenta com o aumento da fluidez inicial da argamassa. É recomendado que seja usada a mínima quantidade de água compatível com uma dada trabalhabilidade da argamassa. É também importante a redução entre o momento da amassadura e a sua colocação, particularmente em aplicações que envolvam tijolos de alta sucção e/ou argamassas com baixo poder de retenção (Boynton & Gutschick, 1975). As argamassas simples de cal aérea terão de ter outros cuidados em relação à quantidade de água na mistura; contudo, no caso destas argamassas, o tempo de intervalo entre mistura e aplicação não é um fator muito crítico devido ao seu forte poder de retenção.

Papaioannou *et al.* (Papaioannou, Argyropoulou, Tachos, & Markantonis, 2015) referem que os valores isolados de trabalhabilidade não são bons indicadores da aderência. A trabalhabilidade terá de ser integrada em cada estudo realizado e tendo em conta os materiais usados e os termos de comparação das argamassas de cada trabalho. Os autores referem ainda que, no estudo que efetuaram, o decréscimo de trabalhabilidade em argamassas de composição semelhante leva à deterioração da aderência.

4.3.2.3 *Teor de ar*

O efeito na resistência de aderência de uma grande quantidade de ar no interior da argamassa pode ser muito negativo. O estudo de Redmond (Redmond, 1962) revela que as argamassas com ligantes cimento e cal aérea obtiveram valores de ar incorporado abaixo de 7-8 % e, portanto, tiveram um melhor comportamento de aderência que as argamassas realizadas só com cimento que continham mais de 13 % de ar incorporado. São recomendados valores de ar incorporado menores que 10 %. Os autores atribuem a queda da resistência de aderência à existência de inúmeras bolhas de ar microscópicas situadas na interface dos materiais, impedindo o seu contacto íntimo.

Um teor de ar incorporado elevado nas argamassas é, na maioria das vezes, consequência do uso de um introdutor de ar. A dosagem do introdutor de ar na mistura é muito importante nas características da argamassa no estado fresco e conseqüentemente no estado endurecido. Existem casos em que as dosagens usadas não são as corretamente recomendadas por falta de respeito para com as recomendações de dosagem do produto. Na perspectiva de obra, o pensamento é que se uma certa quantidade de produto é boa, uma quantidade superior é melhor (testemunho do investigador em algumas obras em que participou). Uma sobredosagem no uso do introdutor de ar, e especialmente combinada com um excesso de tempo de mistura, reduz a área útil de ligação entre o suporte e a argamassa, o que leva a uma redução da tensão de aderência entre os materiais. Os autores Lawrence e So (Lawrence & So, 1994) estudaram a aderência de argamassas de cimento com diferentes quantidades de ar introduzido. O efeito do uso do introdutor de ar, na quantidade recomendada pelo fabricante, foi a diminuição da tensão de aderência. O autor usou também uma mistura com uma quantidade de introdutor de ar 10 vezes superior ao recomendado pelo fabricante, os valores de tensão de aderência obtidos foram ainda mais baixos.

A quantidade de ar tem uma grande importância nos fenômenos ocorridos na interface argamassa/suporte (Sugo, Page, & Lawrence, 2000). A introdução de ar numa argamassa faz com que ela adquira uma melhor trabalhabilidade e fluidez, o que leva a que seja diminuída a quantidade de água na amassadura. Estes dois fatores podem prejudicar a ligação argamassa/suporte, pois existirá um excesso de ar na argamassa e conseqüentemente na interface, conjugado com uma menor quantidade de água disponível para o transporte, devido à redução da quantidade da água de amassadura.

4.4 Influência de fatores exteriores

4.4.1 Condições de aplicação e cura

A mão de obra, no respeitante à aplicação de azulejos, desempenha um papel muito importante nas características que uma fachada azulejada terá depois de finalizada. A execução de uma fachada azulejada deverá ser realizada por ladrilhadores especializados e com todas as ferramentas e conhecimentos necessários não só de execução dos trabalhos em fachadas azulejadas, bem como de informações de cada fachada azulejada individualmente. Uma fachada azulejada mal-executada ou mal recuperada terá problemas futuros (Zhao & Zhang, 1997). Algumas das possíveis causas de defeitos devidos à mão de obra encontram-se na tabela 6.

Tabela 6 - Causas comuns dos defeitos devidos à mão de obra em fachadas azulejadas com argamassas cimentícias

Procedimento de fixação dos azulejos	Possíveis causas dos defeitos
Preparação superficial	Sujidade, oleosidade, falta de limpeza de materiais desagregados
Preparação da argamassa	Mistura insuficiente, pouco rigor nas dosagens dos componentes sólidos e principalmente da água
Aplicação da argamassa	Argamassa inadequada para o trabalho
Aplicação dos azulejos	Pressão insuficiente na aplicação, preparação inadequada das condições humedimétricas iniciais dos azulejos
Cura	Inadequadas condições de aplicação e atmosféricas

Os autores Zhao e Zhang (Zhao & Zhang, 1997) no seu trabalho laboratorial sobre a influência da qualidade da mão de obra na resistência de aderência de azulejos e argamassas cimentícias chegaram a algumas conclusões interessantes. Como era expectável, à medida que a pressão de assentamento dos azulejos sobre a argamassa diminui, diminui também a resistência de aderência entre os materiais. Apesar da resistência de aderência se manter constante até 75 % da pressão indicada nos documentos normativos usados no estudo (EN 1348:1997) (CEN 2007), diminui consideravelmente para pressões inferiores a 50 % da pressão indicada. O estudo fez também ensaios sobre a área de contacto da argamassa e o azulejo (partindo do princípio de que a existência de sujidade diminui esta área de contacto). Quanto menor a área de contacto, menor é a resistência de aderência. Por fim, os autores também estudaram o tempo de exposição atmosférica da argamassa, na pré-aplicação dos azulejos. Esta exposição não teve grande influência na resistência de aderência; só quando foi excedido em 50 % o tempo máximo de exposição recomendado, é que se verificaram diminuições significativas na resistência de aderência.

Existem muitos fatores relacionados com a mão de obra que afetam a tensão de aderência verificada na prática: pressão aplicada aquando do assentamento, área de contacto, espessura das juntas entre materiais, movimento das peças após assentamento inicial, condições de aplicação das camadas, condições de cura, tempos de espera entre mistura e aplicação, espalhamento e forma de colocação da argamassa (Baker L. R., 1979; Palmer & Hall, 1931).

As condições de aplicação das argamassas têm uma relevância superior em relação às condições de cura pois as argamassas não estão em contacto direto com a atmosfera, o que as deixa protegidas de alguns agentes diretos de degradação como a chuva ou o vento. Contudo, deverão ser tomadas algumas precauções no momento da colocação dos azulejos: não poderá ser realizada em condições meteorológicas muito adversas tais como temperaturas superiores a 25 °C e inferiores a 10 °C, ventos fortes superiores a 28 km/h e chuva (Velosa, Ferreira e Ferreira, 2012).

4.4.2 Evolução da resistência de aderência

A evolução da resistência de aderência depende, tal como a maioria dos aspetos relacionados com a temática, de uma série de fatores. Existem fatores externos, como as condições de cura e condições de aplicação, mas os fatores internos, dependentes dos materiais usados, revelam interesse superior nesta secção do trabalho.

A aderência é um processo de evolução constante. Durante a cura e o tempo de vida dos materiais envolvidos são muitos os fenómenos que interferem na aderência. As fissuras são uma das principais razões da perda de aderência (Boynton & Gutschick, 1975). Os autores referem que as fissuras que se formam durante e após o endurecimento proporcionam a posterior entrada de água no sistema, enfraquecendo-o.

O estudo de Kazmierczak *et al.* (Kazmierczak, Brezezinski, & Collatto, 2007) de avaliação da aderência de uma argamassa industrializada para rebocos aplicada em 3 diferentes suportes (betão, tijolo cerâmico furado e bloco cerâmico maciço) com 2 tempos de cura diferentes, concluiu que existe uma evolução positiva nos valores de resistência de aderência entre os 7 e 28 dias de cura.

A influência da idade na aderência de materiais é uma interação complexa de mecanismos de perda e ganho de força e não pode ser inteiramente explicada em termos de mudanças microestruturais observadas em microscópio (Sugo, Page, & Lawrence, 2007).

Os autores anteriores, no seu estudo sobre aderência entre argamassas de ligante misto e alvenaria cerâmica propõem um esquema que traduz a dependência dos processos envolvidos na resistência de aderência e o tempo de cura, figura 16. Os autores referem que os resultados da resistência de

aderência exibem subidas e descidas do seu valor nos 365 dias estudados. Foi observado um ganho de resistência entre os 3 e os 28 dias seguido de um decréscimo aos 90 dias. A máxima resistência de aderência foi observada com 180 dias de cura e posteriormente ocorreu um ligeiro decréscimo do seu valor com 365 dias de cura.

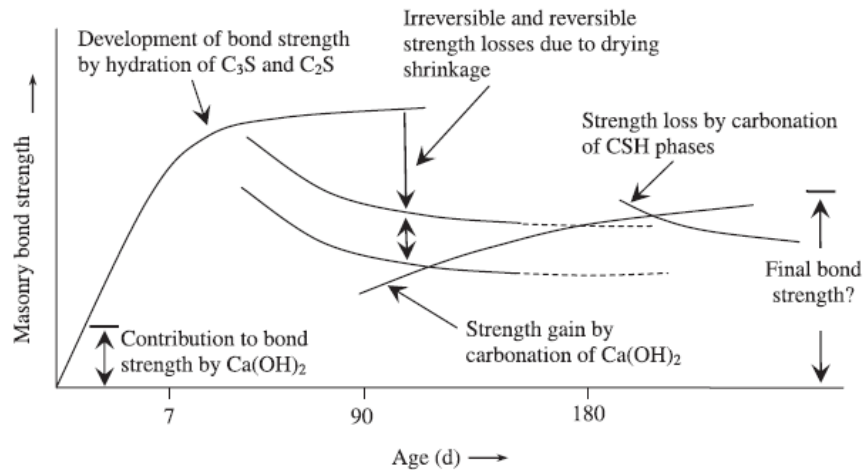


Figura 16 - Processos que afetam a resistência de aderência ao longo do tempo de cura (Sugo, Page, & Lawrence, 2007)

Os autores avançam uma explicação provável para as subidas e descidas da resistência de aderência ao longo do tempo. A resistência de aderência resulta da combinação de mecanismos competitivos – a hidratação dos silicatos do cimento e a carbonatação do hidróxido de cálcio contribuem para ganhos de resistência; a retração por secagem e a carbonatação do silicato de cálcio resultam em mudanças de volume e microfissuras originando reduções na resistência de aderência.

4.5 Análise microestrutural da interface argamassa/suporte

Helena Carasek (Carasek, 1996) analisou a microestrutura da interface argamassa/suporte usando argamassas cimentícias e bastardas de cimento Portland e cal aérea aplicadas em suportes cerâmicos. O estudo foi realizado com recurso a microscópio eletrônico de varrimento (MEV) e técnicas de Raios X. A autora verificou que, devido à variação do diâmetro dos poros que resultam em forças de sucção capilares diferentes, existem diferentes profundidades de penetração da pasta. No caso das argamassas bastardas, constituídas por cimento, cal e areia, a profundidade de penetração está relacionada com o teor de cal; quanto maior a quantidade de cal da argamassa maior é a penetração da pasta de cálcio. Apesar de se verificar esta tendência, é referido que as argamassas com uma quantidade superior de cal são as que apresentam menores valores de resistência de aderência ao suporte. Esta conclusão é explicada pela preponderância, anteriormente enunciada, da quantidade de

cimento na resistência de aderência. Apesar das argamassas com quantidade superior de cal terem uma penetração superior no suporte, a diminuição da quantidade de cimento na mistura faz com apresentem uma aderência inferior ao suporte. A autora refere ainda que, em aplicações de argamassas com baixo teor de cal, a pré-introdução de humidade no azulejo teve como consequência uma menor penetração, pois a presença de água no suporte diminuiu a sua força capilar.

As imagens obtidas no estudo anterior levaram a observar a existência de uma pasta aglomerante na zona da interface argamassa/suporte. Foi observada a presença de três produtos de hidratação nesta pasta: silicato de cálcio hidratado, hidróxido de cálcio e carbonato de cálcio. A autora refere que estes produtos parecem estar apenas depositados na superfície do suporte, não mostrando evidências de penetração nos seus poros. No entanto, foram observadas estruturas de forma pontiaguda que parecem nascer no interior dos poros do suporte, dando claras evidências de penetração. Estas estruturas pontiagudas foram identificadas como etringite. Assim, a autora conclui que a aderência argamassa/suporte é decorrente do entrosamento de cristais de etringite no interior dos poros do suporte.

A natureza das interfaces tem importância relevante no desenvolvimento da tensão de aderência. Yates *et al.* (1999) revelam no seu estudo, que a resistência de aderência entre argamassas e suportes da mesma natureza (neste caso cimentícia) é tendencialmente superior àquela verificada pelo contacto de materiais de natureza diferente. Os autores explicam que o fenómeno de hidratação é melhorado pelas características semelhantes entre as duas interfaces, promovendo uma forte rede de ligações através do silicato de cálcio hidratado (CSH). Este fenómeno leva a que se forme uma conexão mais forte (Yates, Martin-Luego, Cornejo, & Gonzalez, 1994).

Na maioria dos estudos realizados com objetivo de estudar a microestrutura da interface argamassa/suporte foram usadas argamassas cimentícias (Carasek, 1996; Carvalho JR, Brandão, & Freitas, 2005; Romero, 2010; Sugo, Page, & Lawrence, 2000). A explicação simplificada do processo de aderência a nível microestrutural encontra-se nos parágrafos anteriores. No caso das argamassas de cal aérea, a ligação com o suporte deverá ser exclusivamente pelo entrosamento dos cristais de hidróxido de cálcio que carbonataram, transformando-se em carbonato de cálcio na porosidade interfacial do suporte. Não foram encontrados estudos de análise microestrutural da interface entre argamassas de cal aérea e o suporte. As explicações para este facto parecem ser: 1) A procura por argamassas para trabalhos contemporâneos leva a um estudo mais focado nas interfaces entre suportes e argamassas com resinas e produtos colantes de alta aderência; 2) A ideia de que, sem algum componente hidráulico na mistura da argamassa, esta não apresentará aderência suficiente a qualquer suporte de modo a ser usada na construção. O primeiro ponto reveste-se de alguma lógica, principalmente comercial. O segundo ponto não tem fundamento pois, ao contrário de muitos

produtos colantes para materiais contemporâneos, dos quais ainda não se sabe o comportamento e a durabilidade da ligação interfacial a longo prazo, as argamassas de cal aérea apresentam um historial de séculos de uso e, em grande parte dos edifícios, apresentam-se em ótimas condições. As argamassas de assentamento de azulejos, aplicadas há cerca de um século atrás, nas fachadas exteriores de edifícios, testemunham a afirmação anterior.

4.6. Enquadramento normativo

Hoje em dia, a otimização de processos melhora as técnicas de execução, mas é a evolução material que leva a que estes tenham características que respondem às exigências contemporâneas. Estes requisitos materiais são de variados tipos e a normalização é aplicada aos materiais e soluções construtivas. A normalização é a atividade com o propósito de estabelecer regras, guias ou características de produtos e serviços, de acordo com problemas reais ou potenciais, de modo a que seja obtida uma performance satisfatória num determinado contexto. Os materiais novos e antigos devem respeitar a normalização correspondente no seu campo de uso.

As características únicas e especiais dos materiais antigos por vezes não estão contempladas nos requisitos da normalização existente e ensaios de conformidade dos seus parâmetros (quando existe). Os ensaios de aderência são semelhantes para diversos tipos de materiais ou elementos construtivos. Considerando o tipo de materiais a estudar, a tabela 7 mostra o limite dos valores desta característica expresso nas normas em vigor.

Tabela 7 - Intervalos dos valores de aderência e tempos de cura indicados por normas em vigor

Norma	Elementos construtivos	Tensão [MPa]	Cura [dias]
EN 1015-12:2000 (CEN 2000)	Rebocos (Argamassa/suporte)	Não existe indicação (CEN 2010) Depende da velocidade de carga	28
EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014)	Ladrilhos (Azulejo/argamassa)	Requisito mínimo: ≥ 0.5	28
EN 1348:2007 (CEN 2007)	Placa de betão (Argamassa/suporte)	Remete para EN 12004:2007+A1:2012	28
Fe Pa36 (LNEC 1986)	Revestimentos de parede (Argamassa/suporte)	Sem limites	28
ETAG 004 (EOTA 2013)	ETICS (Argamassa adesiva/suporte)	Requisito mínimo: $\geq 0,25$	28
NBR 14081-4 (ABNT 2012)	Placas cerâmicas (Placas/argamassa)	Requisito mínimo: ≥ 0.5	28

A Norma EN 1015-12:2000 (CEN 2000): “Methods of test for mortar for masonry - Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates” define todos os procedimentos a ser adotados para o ensaio da aderência argamassa/suporte. Esta é a norma normalmente usada em trabalhos de argamassas de rebocos. A Norma EN 1015-12:2000, em termos da preparação das amostras e procedimentos de ensaio, tem procedimentos demasiadamente agressivos, tendo em conta o uso de argamassas de baixas resistências, como é o caso das argamassas de cal aérea. A principal consequência do uso desta norma neste tipo de argamassas é a baixa precisão dos resultados.

A Norma NP EN 12004:2007+A1:2014 (CEN 2014): “Colas para ladrilhos. Requisitos, avaliação da conformidade, classificação e designação” é aplicada a colas cimentícias, colas de dispersão e colas de resina de reação para aplicação de ladrilhos cerâmicos em paredes tetos e pavimentos internos e externos. Os produtos com adesivos para ladrilhos ou cimentos cola foram desenvolvidos para a aderência de ladrilhos contemporâneos e são inadequados para azulejos antigos por desenvolverem uma aderência excessiva com os azulejos (mínimo $\geq 0,5\text{MPa}$, tabela 7) e serem incompatíveis com os azulejos e suportes antigos.

A Norma EN 1348:2007 (CEN 2007): “Adhesives for tiles - Determination of tensile adhesion strength for cementitious adhesives” define o procedimento de ensaio para a determinação da tensão de aderência de adesivos cimentícios a ladrilhos. Esta Norma remete para a Norma NP EN 12004:2007+A1:2014 no respeitante ao modo e valores de rotura.

A ficha de ensaio FE Pa36 (LNEC 1986): “Ensaio de arrancamento por tracção” define os procedimentos do ensaio de aderência no Laboratório Nacional de Engenharia Civil, em ambiente laboratorial e em ensaios *in-situ*. Este documento apresenta procedimentos de ensaio semelhantes à Norma EN 1015-12:2000 (CEN 2000).

O guia Europeu ETAG 004 (EOTA 2013): “Guideline for European Technical Approval of External Thermal Insulation Composite Systems (ETICS) With Rendering” define o método de ensaio e requisitos para a determinação da tensão de aderência de argamassas ao suporte isolante neste tipo de aplicações. As argamassas geralmente usadas nestes sistemas, com base em cimento e resinas, são inadequadas para a reaplicação de azulejos antigos.

A Norma Brasileira NBR 14081-4 (ABNT 2012): “Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas – Parte 4: Determinação da resistência de aderência à tração” define os requisitos das argamassas-cola industrializadas para o assentamento de ladrilhos. Estas argamassas são inadequadas para este trabalho.

4.6.1. Disposições normativas e regulamentares para aplicação de argamassas de assentamento de azulejos

4.6.1.1. Norma de colas para ladrilhos – EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014)

A Norma Europeia aplicável aos materiais de assentamento de azulejos é a EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014).

Devido aos requisitos explicitados em 2.1, a Norma supracitada não é aplicável a este tipo de produtos de (re)aplicação de azulejos antigos. A designação “Cola” não abrange essas argamassas, pois os produtos de aplicação de azulejos antigos não contêm adesivos em teores significativos. Os produtos a aplicar não devem ser de base cimentícia nem conter resinas pelas razões de compatibilidade indicadas.

Para além da não aplicabilidade em termos conceptuais, verifica-se também incompatibilidade ao nível dos requisitos funcionais. Estes produtos foram desenvolvidos para a aplicação de ladrilhos contemporâneos e não são adequados para uso em azulejos antigos pois a elevada tensão de aderência inicial à tração ao azulejo exigida ($\geq 0,5$ MPa) é um dos fatores de incompatibilidade, face aos frágeis materiais em presença.

No anexo ZA da Norma EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014) consta a seguinte informação: “Este anexo estabelece as condições para a marcação CE das colas para ladrilhos destinadas às utilizações previstas no Quadro ZA.1 e refere as secções relevantes aplicáveis.” As secções referidas são para: cimento cola, colas de dispersão e colas em resina de reação. Os produtos destinados à (re)aplicação de azulejos antigos não são compatíveis com as exigências deste anexo ZA e, conseqüentemente, não cumprem os requisitos da Norma.

4.6.1.2. Regulamento Europeu para comercialização de produtos de construção

A Norma Europeia EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014) suporta os requisitos do Regulamento N.º 305/2011 (UE 2017) do Parlamento Europeu e do Conselho que estabelece condições harmonizadas para a comercialização dos produtos de construção. Não cumprindo os requisitos da norma, estes produtos não garantem a marcação CE por esta via. Contudo, o mandato no âmbito da Diretiva UE relativa aos produtos de construção, no seu artigo 5º (“Derrogação à obrigação de fazer uma declaração de desempenho”) diz: “Não obstante o disposto no nº1 do artigo 4º, e na falta de disposições da União ou nacionais que exijam a declaração de características essenciais no território onde os produtos de construção se destinem a ser utilizados, ao colocar no mercado um produto de

construção abrangido por uma norma harmonizada o fabricante pode abster-se de fazer uma declaração de desempenho caso:

- a) O produto de construção seja fabricado individualmente ou por medida...
- b) O produto de construção seja fabricado no estaleiro...
- c) O produto de construção seja fabricado de forma tradicional ou de forma adequada à conservação do património e de acordo com um processo não industrial para renovar de forma adequada obras de construção oficialmente protegidas como parte de determinado ambiente ou devido ao seu especial valor arquitetónico ou histórico, nos termos da legislação aplicável.”

O ponto c) do artigo 5º do documento parece ser uma boa alternativa para enquadrar legalmente a comercialização de produtos destinados à (re)aplicação de azulejos antigos. Esta alternativa permitirá a não obrigatoriedade de cumprimento dos requisitos da norma EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2014). Este aspeto é fundamental, pois como visto anteriormente, os produtos de (re)aplicação de azulejos antigos não cumprem os requisitos nela definidos.

5. Referências bibliográficas

ABNT. “Adhesive mortars industrialized for the settlement of ceramic tiles Part 4: Determination of the bond tensile strength.” *NBR 14082-4*, 2012.

Aguiar, J. L. “Adhesion Between Repair Mortars and Concrete.” *4th International Conference on Inspection, Appraisal, Repairs & MAintenance of Buildings & Structures*. Hong Kong, 1995.

Alhanati, Lucien Silvano. *Física*. 2000. http://alfaconnection.pro.br/pag_avsf/fqm0101.htm (accessed Novembro 30, 2015).

Anand, K. B., V. Vasudevan, and K. Ramamurthy. “Water Permeability of Alternative Masonry Systems.” *Building Environment*, 2003: 947-957.

Andrejkovicová, Slavka, Diogo Pires, Luis Mariz Ferreira, Ana Luisa Velosa, Fernando Rocha, and João Labrincha. “Caracterização Química e Mecânica de Argamassas de Ovar.” *Azulejar 2012*. Aveiro: Universidade de Aveiro, 2012.

Arandigoyen, M., and J. I. Alvarez. “Pore Structure and Mechanical Properties of Cement-Lime Mortars.” *Cement and Concrete Research*, 2007: vol.37:767-775.

Arizzi, A., and G. Cultrone. “Aerial lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study.” *Construcyion and Building Materials*, 2012: 135-143.

Azulejo, Museu Nacional do. 25 Janeiro 2017. <http://www.museudoazulejo.pt/Data/Documents/Cronologia%20do%20Azulejo%20em%20Portugal.pdf>.

Baker, L. R. “Some Factors Affecting the Bond Strength of Brickwork.” *Fifth International Brick Masonry Conference*. Washington, 1979. 62-72.

Baker, Lawrence Rae., Stephen J. Lawrence, and Adrian William Page. *Australian masonry manual*. New South Wales: The Committee, [Sydney, N.S.W.], 1991.

Baldan, A. "Adhesion phenomena in bounded joints." *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 38 (2012): 95-116.

- Balen, K. Van. "Carbonation Reaction of Lime, Kinetics at Ambient Temperature." *Cement and Concrete Research*, 2005: (35):647-657.
- Balen, K. Van, and D. Van Gemert. "Modelling Lime Mortar Carbonation." *Materials and Structures*, 1994: (27):393-398.
- Barr, S., W. J. McCarter, and B. Suryanto. "Bond-Strength Performance of Hydraulic Lime and Natural Cement Mortared Sandstone Masonry." *Construction and Building Materials*, 2015: (84):128-135.
- Bauer, Elton, Isaura N. L. Paes, Maria de N. B. da Silva, and Eliane Kraus. "A Influência do Transporte de Água no Comportamento dos Revestimentos de Argamassa nos Momentos Iniciais Pós-Aplicação." *4º Congresso Português de Argamassas e Etics*. Coimbra, 2012.
- Bilir, Turhan, Osman Gencil, and Ilker Berik Topcu. "Properties of Mortars With Fly Ash as Fine Aggregate." *Construction and Building Materials*, 2015: (93):782-789.
- Botas, Sandro. *Avaliação do Comportamento de Argamassas em Climats Frios*. Lisboa: Faculdade de Ciências e Tecnologia - Universidade Nova de Lisboa, 2009.
- Botas, Sandro, Rosário Veiga, Ana Velosa. "Adhesion of lime based mortars to old tiles. Moisture content of tiles." *3rd Historical Mortars Conference*. Glasgow: University of the West Scotland, 2013.
- Botas, Sandro, Rosário Veiga, Ana Velosa. "Mecanismo de aderência na interface azulejo/argamassa." *4º Congresso Português de argamassas e etics*. Coimbra: Universidade de Coimbra, 2009.
- Botas, Sandro, Rosário Veiga, Ana Velosa. "Reparação de Fachadas Azulejadas com Interesse Histórico: Caracterização dos Azulejos." *Patorreb 2012*. Santiago de Compostela: Colexio Oficial de Arquitectos de Galicia, 2012. 186.
- Botas, Sandro, Vasco Rato, and Paulina Faria. "Testing the Freeze/Thaw Cycles in Lime Mortars." *HMC2010 - 2nd Historical Mortars Conference*. Praga, 2010.
- Boynton, Robert S., and Kenneth A. Gutschick. *Bond of Mortar to Masonry Units*. Washington: National Lime Association, 1975.

Cajado, Flávia Regina Cardozo. *Importância do Uso de Argamassas de Cal na Restauração de Fachadas Revestidas por Azulejos Fabricados no Final do Século XIX e Início do Século XX*. Edited by Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre: Trabalho de Diplomação em Engenharia Civil, 2016.

Callebaut, K., J. Elsen, K. Van Balen, and W. Viaene. "Nineteenth Century Hydraulic Restoration Mortars in the Saint Michael's Church (Leuven, Belgium). Natural Hydraulic Lime or Cement?" *Cement and Concrete Research*, 2001: (31):397-403.

Carasek, Helena. *Aderência de Argamassas à Base de Cimento Portland a Substratos porosos - Avaliação dos Fatores Intervenientes e Contribuição ao Estudo do Mecanismo da Ligação*. São Paulo, Tese de Doutorado: Universidade de São Paulo - Escola Politécnica, 1996.

Carasek, Helena, Pammila Japiassú, Oswaldo Cascudo, and Ana Velosa. "Bond Between 19th Century Lime Mortars and Glazed Ceramic Tiles." *Construction and Building Materials*, 2014: 85-98.

Cardon, Michel. *The shot peener*. 2006. <https://www.shotpeener.com/library/pdf/2006027.pdf> (accessed 09 26, 2017).

Cardon, Michel. "The Devil and the Surfaces." *The Shot Peener*, 2006: 38.

Carvalho JR, Antônio Neves, P. R. G. Brandão, and J. M. C. Freitas. "Relação Entre a Resistência de Aderência de Revestimento de Argamassa e o Perfil de Penetração de Pasta de Aglomerante nos Poros do Bloco Cerâmico." *I International Symposium on Mortars Technology*. Florianópolis: Sociedade Brasileira de Tecnologia em Argamassa, 2005. 518-529.

CEN. "Adhesives for tiles - Determination of tensile adhesion strength for cementitious adhesives." 2007: EN 1348:1997.

CEN. *Cal de construção. Parte 1: Definições, especificações e critérios de conformidade*. Brussels: NPEN 459-1:2015, 2015.

CEN. "Colas para ladrilhos. Requisitos, avaliação da conformidade, classificação e designação." In *NP EN 12004:2007+A1:2014*. 2014.

CEN. "Methods of test for mortar for masonry. Part 2: Bulk sampling of mortars and preparation of test mortars." *EN 1015-2:1998/A1:2006*, 1998.

CEN. “Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates.” In *EN 1015-12:2000*. Brussels, 2000.

CEN. *Methods of Tests for Mortar for Masonry - Part 11: Determination of Flexural and Compressive Strength of Hardened Mortar*. Brussels: EN 1015-11:1999, 1999.

CEN. “Cimento - Parte 1: Composição, especificação e critérios de conformidade para cimentos correntes.” *NP EN 197-1:2001*, 2001.

CEN. “Specification For Mortar for Masonry - Part 1: Rendering and Plastering Mortar.” In *EN 998-1*. Brussels, 2010.

Chatterji, S. “Freezing of Air-entrained Cement-Based Materials and Specific Actions of Air-Entraining Agents.” *Cement and Concrete Research*, 2003: (25):759-765.

Corrêa, Pammila Rodrigues Japiassú. *Estudo do Mecanismo de Aderência de Azulejos e Argamassas de Cal em Revestimentos Históricos*. Edited by Universidade Federal de Goiás. Goiânia: Dissertação de Mestrado em Geotecnia e Construção Civil, 2011.

Costa, Eliane Betânia Carvalho. *Investigação do Método de Ensaio de Determinação da Resistência de Aderência de Revestimentos de Argamassa*. Goiânia, Dissertação de Mestrado : Universidade Federal d Goiás - Escola de Engenharia Civil, 2007.

Costa, Marisa Célia da Silva Resende da. *Study of 19th century wall tiles for technical replicas development*. Edited by Universidade de Aveiro. Aveiro: Tese de Doutorado em Engenharia Civil, 2013.

Coutinho, A. de Sousa. *Fabrico e Propriedades do Betão - vol. I, II e III*. Lisboa: LNEC, 1997.

Coutinho, A. S., and A. Gonçalves. *Fabrico e Propriedades do Betão. Volume I, II e III*. Lisboa: LNEC, 1997.

Coutinho, J. S. *Materiais de Construção 1 - Agregados para Argamassas e Betões*. Sebenta de Materiais de Construção, Porto: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 1999.

Coutinho, J. S. *Materiais de Construção 2 - 1ª Parte - Ligantes e Caldas*. Sebenta de Materiais de Construção, Porto: Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2006.

Cultrone, G., E. Sebastián, and M. Ortega Huertas. "Forced and Natural Carbonation of Lime-based Mortars With and Without Additives: Mineralogical and Textural Changes." *Cement and Concrete Research*, 2005: (35):2278-2289.

Detriche, C. H., J. L. Gallias, J. Grandet, and J. C. Maso. "Influence des paramètres de mise en oeuvre et de composition sur le comportement des mortiers d'enduit." *Matériaux et Constructions*, 1985: 193-200.

Détriché, C. H., J. L. Gallias, J. Grandet, and J. C. Maso. "Mouvements d'eau, hydratation et comportement mécanique des mortiers d'enduit." *Matériaux et Constructions*, 1984: 297-302.

Dupin, I., C. H. Detriche, and J. C. Maso. "Accrochage direct d'un enduit sur un isolant par une liaison de type mécanique dans le cadre d'un procédé d'isolation par 'extérieur.'" *Matériaux et Constructions*, 1988: 370-378.

Dupin, I., C. H. Detriche, and J. C. Maso. "Accrochage direct d'un enduit sur un isolant par une liaison de type mécanique dans le cadre d'un procédé d'isolation par 'extérieur.'" *Matériaux et Constructions*, 1988: 370-378.

El-Turki, A., R. J. Ball, and G. C. Allen. "The Influence of Relative Humidity on Structural and Chemical Changes During Carbonation of Hydraulic Lime." *Cement and Concrete Research*, 2007: 37(8):1233-40.

EOTA. "Guideline for European Technical Approval of External Thermal Insulation Composite Systems with Rendering." In *ETAG 004*. Brussels, 2013.

Ferreira, Isabel, and Maria do Rosário Veiga. "Glazed tile facades of Ovar: protective measures developed by the "Atelier of conservation and restoration of glazed tiles" of Ovar city Hall." *Conservation of Glazed Ceramic Tiles. Research and Practice*. Lisboa: LNEC, 2009.

Mariz Ferreira, Luis. *El azulejo de la arquitectura de Oporto [1850-1920]. Caracterización e intervención*. País Vasco: Facultad de Bellas Artes - Universidad del País Vasco, 2009.

Mariz Ferreira, Luis. *O Azulejo na Arquitectura da Cidade do Porto [1850-1920]. Caracterização e intervenção*. Edited by Universidade do País Vasco. Bilbao: Tese de Doutoramento, 2009.

Ferreira, Maria Isabel Moura. *Revestimentos azulejares oitocentistas de fachada, em Ovar. Contributos para uma metodologia de conservação e restauro*. Evora: Dissertação de Mestrado - Universidade de Evora, 2008.

Fitzner, B. "Porosity Properties and Weathering Behaviour of Natural Stones - Methodology and Examples." *Stone Material and Monuments: Diagnoses and Conservation - Second Course*. Creta: Mario Adda Editore, 1994.

Gonçalves, J. P., L. M. Tavares, R. D. Toledo Filho, E. M. R. Fairbairn, and E. R. Cunha. "Camparison of Natural and Manufactured Fine Aggregates in Cement Mortars." *Cement and Concrete Research*, 2007: (37):924-932.

Goodwin, J. F., and H. W. H. West. *A Review of the Literature on brick/mortar bond*. England: British Ceramic Research Association, 1980.

Green, K. M., Margaret A. Carter, W. D. Hoff, and M. A. Wilson. "The Effects of Lime and Admixtures on the Water-retaining Properties of Cement Mortars." *Cement and Concrete Research*, 1999: (29):1743-1747.

Grilo, J., A. Santos Silva, P. Faria, A. Gameiro, R. Veiga, and A. Velosa. "Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions." *Construction and Building Materials*, 2014: 287-294.

Grilo, J., P. Faria, R. Veiga, A. Santos Silva, V. Silva, and A. Velosa. "New Natural Hydraulic mortars - Physical and Microstructural Properties in Different Curing Conditions." *Construction and Building Materials*, 2014: (54): 378-384.

Groot, Caspar J. W. P. "Effects of Water on Mortar-Brick Bond." *Heron*, 1995: 57-70.

Groot, Caspar, and Joe Larbi. "The Influence of Water Flow (reversal) on Bond Strength Development in Young Masonry." *Heron* (Heron), 1999: 63-78.

Gulotta, D., S. Goidanich, C. Tedeschi, T. G. Nijland, and L. Toniolo. "Commercial NHL-containing mortars for the preservation of historical architecture. Part 1: Compositional and mechanical characterization. ." *Construction and Building Materials* , 2013 : 38:31-42.

Gummerson, R. J., C. Hall, and W. D. Hoff. "The Suction Rate and the Sorptivity of Bricks." *British Ceramic Transactions*, 1981: 150-152.

Hansen, Eric F., Carlos Rodríguez-Navarro, and Koenraad Van Balen. "Lime Putties and Mortars." *Studies in Conservation*, 2008: (53):9-23.

- Hendrickx, R., S. Roels, and K. Van Balen. "Measuring the Water Capacity and Transfer Properties of Fresh Mortar." *Cement and Concrete Research*, 2010: (40):1650-1655.
- Hoffmann, D., and K. Niesel. "Quantifying Capillary Rise in Columns of Porous Material." *American Ceramic Society Bulletin*, 1988: 1418.
- IPQ. *NP 2064:1991 Cimentos. Definições, Composição, Especificações e Critérios de Conformidade*. IPQ, 1991.
- Kampf, I. "Factors Affecting Bond of Mortar to Brick." *Symposium on Masonry Testing*. New York: American Society for Testing and Materials ASTM STP 320, 1963. 127-141.
- Kazmierczak, Claudio de Souza, Débora Elisiane Brezezinski, and Décio Collatto. "Influência das Características da Base na Resistência de Aderência à Tração e na Distribuição de Poros de uma Argamassa." *Estudos Tecnológicos*, Jan/Jun 2007: 47-58.
- Kinloch, A. J. "Adhesives in Engineering." *Ordinary Meeting of the Institution of Mechanical Engineers*. London: Institution of Mechanical Engineers, 1997. Vol 211 Part G.
- Klisinska-Kopacz, Anna, Renata Tislova, Grzegorz Adamsky, and Roman Kozlowski. "Pore Structure of Historic and Repair Roman Cement Mortars to Establish their Compatibility." *Journal of Cultural Heritage*, 2010: (11):404-410.
- Lanas, J., and José I. Alvarez-Galindo. "Masonry Repair Lime-based Mortars: Factors Affecting the Mechanical Behaviour." *Cement and Concrete Research*, 2003: (33):1867-1876.
- Lanas, J., J. L. Pérez Bernal, M. A. Bello, and J. I. Alvarez Galindo. "Mechanical Properties of Natural Hydraulic Lime-based Mortars." *Cement and Concrete Research*, 2004: (34):1059-1069.
- Lanas, J., R. Sirera, and J. I. Alvarez. "Study of Mechanical Behavior of Masonry Repair Lime-based Mortars Cured and Exposed Under Different Conditions." *Cement and Concrete Research*, 2006: (36):961-970.
- Lawrence, Mike, Pete Walker, and Zhaoxia Zhou. "Influence of Interfacial Material Pore Structure on the Strength of the Brick/Lime Mortar Bond." *2nd Historic Mortars Conference HMC2010*. Praga: RILEM TC 203-RHM Final Workshop, 2010. 519-526.

Lawrence, R. M. H., T. J. Mays, P. Walker, and D. D'Ayala. "Determination of Carbonation Profiles in Non-Hydraulic Lime Mortars Using Thermogravimetric Analysis." *Thermochimica Acta*, 2006: (444):179-189.

Lawrence, Robert M., Timothy J. Mays, Sean P. Rigby, Peter Walker, and Dina D'Ayala. "Effects of Carbonation on the Pore Structure of Non-hydraulic Lime Mortars." *Cement and Concrete Research*, 2007: (37):1059-1069.

Lawrence, S. J., and L. So. "The Influence of Some Factors on the Tensile Bond Strength of Masonry." *10th International Brick and Block Masonry Conference*. Calgary, 1994. 929-938.

Levy, Élie. *Dictionnaire de Physique*. France: French & European Pubns, 1988.

Li, Gengying, and Xiaozhong Wu. "Influence of fly ash and its mean particle size on certain engineering properties of cement composite mortars." *Cement and Concrete Research*, 2005: 1128-1134.

LNEC. "Bond Strength Test Method." LNEC, 1986.

Margalha, Goreti, Rosário Veiga, António Santos Silva, and Jorge de Brito. "Traditional Methods of Mortar Preparation: The Hot Lime Mix Method." *Cement and Concrete Composites*, 2011: (33):796-804.

Martins, Ana Isabel Guerreiro. "A influência das condições de cura em argamassas de cais aéreas com e sem adição de metacaulino." In *Dissertação de Mestrado em Construção Civil*. Setubal: Instituto Politécnico de Setubal, 2010.

Martins, Gilberto José Ferreira. *Influência do Revestimento Azulejar na Permeabilidade da Fachada*. Edited by Universidade de Aveiro. Aveiro: Tese de Mestrado em Engenharia Civil, 2010.

Montes-Hernandez, German, Alejandro Fernandez-Martinez, and François Renard. "Novel Method to Estimate the Linear Growth Rate of Submicrometric Calcite Produced in a Triphasic Gas-Liquid-Solid System." *Crystal Growth & Design*, 2009: (10):4823-4830.

Mosquera, M. J., B. Silva, B. Prieto, and E. Ruiz-Herrera. "Addition of Cement to Lime Based Mortars: Effect on Pore Structure and Vapour Transport." *Cement and Concrete Research*, 2006: (36):1635-1642.

- Mosquera, M. J., D. Benítez, and S. H. Perry. "Pore Structure in Mortars Applied on Restoration - Effect on Properties Relevant to Decay of Granite Buildings." *Cement and Concrete Research*, 2002: (32):1883-1888.
- Mustelier, N. L., J. C. Rocha, and M. Cheriaf. "Análisis de Propiedades del Transporte de Humedad en Bloques de Hormigón." *Informes de la Construcción*, Julho-Setembro 2013: 381-386.
- Ozkahraman, H. T., and E. C. Isik. "The Effect of Chemical and Mineralogical Composition of Aggregates on Tensile Adhesion Strength of Tiles." *Construction and Building Materials*, 2005: (19): 251-255.
- Pacheco-Torgal, F., J. Faria, and S. Jalali. "Some Considerations About the Use of Lime-Cement Mortars for Building Conservation Purposes in Portugal: E Reprehensive Option or a Lesser Evil?" *Construction and Building Materials*, 2012: (30):488-494.
- Paes, I. N., E. Bauer, H. Carasek, and E. Pavon. "Influence of Water Transportation inside a Mortar/Block System on Bonding Resistance Behavior." *Revista Ingeniería de Construcción*, 2014: 175-186.
- Paes, Isaura Nazaré Lobato. *Avaliação do Transporte de Água em Revestimentos de Argamassa nos Momentos Iniciais Pós-Aplicação*. Brasília, Tese de Doutorado: Universidade de Brasília - Faculdade de Tecnologia, 2004.
- Pagnussat, Daniel Tregnago, and Angela Borges Masuelo. "Avaliação da Aderência de Revestimentos de argamassa aplicados em Substratos Cerâmicos com Diferentes Condições Superficiais." *IX Simpósio Brasileiro de Tecnologias de Argamassas*. Belo Horizonte, 2011.
- Palmer, L. A., and D. A. Parsons. "A Study of the Properties of Mortars and Bricks and Their Relation to Bond." *National Bureau of Standards Journal Research*, 1934.
- Palmer, L. A., and J. V. Hall. "Durability and Strength of Bond Between Mortar and Brick." *Bureau of Standards Journal of Research*, 9 January 1931: 473-492.
- Papaoannou, S., R. Argyropoulou, C. Tachos, and N. Markantonis. "The Adhesion Properties of Mortars in Relation with Microstructure." *The Journal of Adhesion*, 2015: 505-517.
- Paravisi, Sandra. *Avaliação de Sistemas de Produção de Revestimentos de Fachada com Aplicação Mecânica e Manual de Argamassa*. Porto Alegre, Dissertação de Mestrado: Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Escola de Engenharia, 2008.

Pavía, S., and B. Toomey. "Influence of the Aggregate Quality on the Physical Properties of Natural Feebly-hydraulic Lime Mortars." *Materials and Structures*, 2008: (41):559-569.

Pavlíková, Milena, Zbysek Pavlík, Martin Keppert, and Robert Cerný. "Salt Transport and Storage Parameters of Renovation Plasters and Their Possible Effects on Restored Buildings' Walls." *Construction and Building Materials*, 2011: 25(3):1205-1212.

Pereira, Tiago. *Optimização das Características de Humedecimento e Secagem de Argamassas*. Lisboa: Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil apresentada Na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa, 2008.

Pipilikaki, P. and Beazi-Katsioti, M. "The assessment of porosity and pore size distribution of limestone Portland cement pastes". *Construction and Building Materials*, 2009: 23:1966-1970.

Pretto, Márcia Elisa Jacondino. *Influência da Rugosidade Gerada pelo Tratamento Superficial do Substrato de Concreto na Aderência do Revestimento de Argamassa*. Porto Alegre, Dissertação de Mestrado: Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Escola de Engenharia, 2007.

Priberam. 26 01 2017. <https://www.priberam.pt/dlpo/azulejo>.

Rato, Vasco Nunes da Ponte Moreira. *Influência da Microestrutura Morfológica no Comportamento de Argamassas*. Lisboa, Tese de Doutoramento: Faculdade de Ciências e Tecnologia - New University of Lisbon, 2006.

Reddy, B. V. Venkatarama, and Ajay Gupta. "Influence of Sand Grading on the Characteristics of Mortars and Soil-cement Block Masonry." *Construction and Building Materials*, 2007: (22):1614-1623.

Redmond, T. B. *Lime and Pre-cast Concrete Products*. National Lime Association, 1962.

Romero, J. V. *Adherencia al Hormigón de Morteros de Diferentes Bases Químicas*. Madrid, Tese de Doutoramento: Universidad Politécnica de Madrid - Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos, 2010.

Sánchez-Moral, S., J. García-Guinea, L. Luque, R. González-Martín, and P. López-Arce. "Carbonation Kinetics in Roman-like Lime Mortars." *Materiales de Construcción*, 2004: (54):23-37.

- Santos, A. R., A. Santos Silva R. Veiga, and J. Brito. "Influence of aggregates' nature and particle size distribution on the mechanical properties of lime-based mortars." *HMC 2016 - Historical mortars conference*, 2016: 315-323.
- Satoh, Ayumi, and Kanji Yamada. "FEM simulation of tension struts on adhesion performance of mortar- repair interface." *Engineering Fracture Mechanics*, 2016.
- Scartezini, Luís Maurício, et al. "Influência do Preparo da Base na Aderência e na Permeabilidade à Água dos revestimentos de argamassa." *Ambiente Construído*, Abril/Junho 2002: 85-92.
- Schutter, G. De, and A. M. Poppe. "Quantification of the Water Demand of Sand in Mortar." *Construction and Building Materials*, 2004: (18):517-521.
- Seabra, M. P., J. A. Labrincha, and V. M. Ferreira. "Rheological Behaviour of Hydraulic Lime-based Mortars." *Journal of the European Ceramic Society*, 2007: (27):1735-1741.
- Sébaibi, Y., R. M. Dheilily, and M. Quéneudec. "Study of the Water-Retention Capacity of a Lime-sand Mortar: Influence of the Physicochemical Characteristics of the Lime." *Cement and Concrete Research*, 2003: (33):689-696.
- Segurado, João Emílio dos Santos. *Materiais de Construção*. Paris: Aillaud e Bertrand, sem data.
- Stefanidou, M., and I. Papayianni. "The Role of Aggregates on the Structure and Properties of Lime Mortars." *Cement and Concrete Composites*, 2005: (27):914-919.
- Stolz, Carina. *Análise dos Principais Parâmetros que Influenciam na Área de Contato Substrato/Argamassa de Revestimento*. Porto Alegre, Tese de Doutorado: Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Escola de Engenharia, 2015.
- Structural Clay Products Institute. *Mortars for clay masonry*. Structural Clay Products Institute, 1961.
- Sugo, Eber, Adrian W. Page, and Stephen Lawrence. "Influence of age on masonry bond strength and mortar microstructure." *Canadian Journal of Civil Engineering*, 2007: 1433-1442.
- Sugo, H. O., A. W. Page, and S. J. Lawrence. "A Study of Bond Strength and Mortar Microstructure Developed Using Masonry Cement." *12th International Brick/Block Masonry Conference*. Madrid, 2000. 1753-1763.

Sugo, H. O., A. W. Page, and S. J. Lawrence. "The Development of Mortar/Unit Bond." *9th Canadian Masonry Symposium*. Fredericton, 2001.

Taha, M. : Reda, A. S. El-Dieb, and N. G. Shrive. "Sorptivity: A Reliable Measurement for Surface Absorption of Surface Brick Units." *Materials ans Structures*, Agosto-Setembro 2001: 438-445.

Taha, M. M. Reda, and N. G. Shrive. "The Use of Pozzolanes to Improve Bond and Bond Strength." *9th Canadian Masonry Symposium*. Canada: Fredericton, N. B., 2001.

UE. *Associação Portuguesa de Sinalização e Segurança Rodoviária*. 13 Março 2017. www.afesp.pt/documentos/Regulamento_UE_305-2011.pdf (accessed Março 13, 2017).

Válek, Jan, John Huges, J. John, and Peter J. M. Bartos. "Compatibility of historicand modern lime mortars." *12th International Masonry Conference*. Madrid, 2000.

Valente, Carla Sofia dos Santos. *Conservação de fachadas azulejadas em Ovar: Comportamento face à água*. Edited by Universidade de Aveiro. Aveiro: Tese de Mestrado em Engenharia Civil, 2008.

Veiga, M. R., A. Fragata, A. L. Velosa, A. C. Magalhães, and G. Margalha. "Lime-based Mortars: Viability for Use as Substitution Renders in Historical Buildings." *International Journal of Architectural Heritage*, 2010: 4(2):177-95.

Veiga, M. Rosário, Ana Velosa, and Ana Magalhães. "Experimental applications of mortars with pozzolanic additions: Characterization and performance evaluation." *Construction and Building materials*, 2009: 318-327.

Veiga, Maria do Rosário. "Argamassa de Cal na conservação de edifícios antigos." *Sessão de Conferências sobre reabilitação de edifícios da Ordem dos Engenheiros*. Lisboa: LNEC, 2005.

Veiga, Maria do Rosário. "As argamassas na conservação." *1as Jornadas de Engenharia Civil da Universidade de Aveiro*. Aveiro, 2003.

Veiga, Maria do Rosário, and Fernanda Carvalho. "Argamassas de reboco para edifícios antigos. Requisitos e características a respeitar." In *Caderno de edifícios nº2*. Lisboa: LNEC, 2002.

Veiga, R., and A. R. Santos. "As argamassas de cal hidraulica natural na reabilitação - avaliação e otimização do seu desempenho." *Revista Pedra & Cal*, 2015: 38-40.

Velosa, Ana Luisa Lomelino, Luis Mariz Ferreira, and Maria Isabel Moura Ferreira. *Manual de Materiais e Técnicas Tradicionais de Assentamento de Azulejos de Fachada*. Ovar: Câmara Municipal de Ovar, 2012.

Velosa, Ana Luísa Pinheiro Lomelino. “Argamassas de cal com pozolanas para revestimento de paredes antigas.” *Tese de Doutoramento*, Universidade de Aveiro 2006.

Veneza, Carta de. “Carta Internacional sobre a Conservação e o Restauro de Monumentos e Sítios.” 1964.

Wilson, M. A., M. A. Carter, and W. D. Hoff. “British Standard and RILEM Water Absorption Tests: A Critical Evaluation.” *Materials and Structures*, Outubro 1999: 571-578.

Wilson, M. A., W. D. Hoff, and C. Hall (2). “Water Movement in Porous Building Materials - XIV. Absorption Into a Two Layer Composite (SA<SB).” *Building Environment*, 1995: 221-227.

Wilson, M. A., W. D. Hoff, and C. Hall. “Water Movement in Porous Building Materials - XIII. Absorption Into a Two Layer Composite.” *Building Environment*, 1995: 209-219.

Winnefeld, Frnak, and Karl Georg Bottger. “How Clayey Fines in Aggregates Influence The Properties of Lime Mortars.” *Materials and Structures*, 2006: (39):433-443.

Yang, Zhifu, W. Jason Weiss, and Jan Olek. “Water Transport in Concrete Damaged by Tensile Loading and Freeze-Thaw Cycling.” *Journal of materials in Civil Engineering*, 2006: (18):424-434.

Yates, M., M. A. Martin-Luego, J. Cornejo, and V. Gonzalez. “The importance of the porosity of mortars, tiles, and bricks in relation to their bonding strengths.” *Studies in Surface Science and Catalysis*, 1994: 781-790.

Yorkdale, A. H. “Initial Rate of Absorption and Mortar Bond.” *ASTM STP 778 (ASTM STP 778)*, 1982: 91-98.

Zhao, Zhi Ye, and Wei Lin Zhang. “Influence of Workmanship on the Bonding Strength of Tiles to External Walls.” *International Journal of Adhesives and Adhesion*, 1997: 47-53.

Parte II – Experimental part

6. Reapplication mortars for old tiles: characteristics of tiles and mortars and selection criteria

Artigo publicado: Sandro Miguel dos Santos Botas, Maria do Rosário Silva Veiga, Ana Luísa Velosa. *International Journal of Architectural Heritage*. Volume 8, edition 14, Issue 1, pp. 124-139, 2014.

Abstract

Glazed ceramic tiles are used as facade claddings prominently since the beginning of the XIXth century and they are nowadays considered significant historic heritage. Several deterioration mechanisms threaten this important legacy. Detachment due to ageing and to several external actions is one of the most dangerous.

New mortars compatible with the old tiles and old substrates are needed to reattach the loose tiles without deteriorating the glazed surface, the ceramic part or the adjacent pieces.

XIXth century tiles are very porous and absorbent, with variations according to the factory where they were produced. The adhesion of mortars to tiles is commanded by the penetration of the fine particles in the tiles pores which depend on several composition factors.

In this paper, the characteristics of late XIXth century tiles are studied and compared with the characteristics of several types of new tiles and replicas. New mortars are formulated with the objective of reapplication of old tiles. The adhesion mechanism of substrate/mortar/tile system is analysed and the factors involved are identified.

Keywords: Mortars, tiles, adhesion, lime, suction, porosity, capillary absorption.

1. Introduction

The tradition of using glazed ceramic tiles in Portugal dates back to centuries of existence but their industrialized production began in the nineteenth century. Glazed ceramic tiled facades are rich architectural and historical elements that are found in many Portuguese buildings [1]. Nowadays, there are many degraded tile facades in urgent need of maintenance.

Ovar is considered the glazed tile museum city. Tiled facades are found in many civilian buildings of the XIXth century, with a considerable variation of patterns. The tile production was semi-industrial. "Pereira Valente" (JPV) and "Antonio Almeida da Costa" (AACosta) were important factories due to good facilities, qualified labour and great production capacity. This city has been used as an open sky laboratory when buildings are in need of conservation actions; the studies developed provide a better knowledge of old materials and technics and important procedures to prevent tiles degradation and conservation of substrate/mortar/tile system [2, 3].

Late nineteenth century mortars used for tiles application were ordinary air lime + sand mortars usually with a 1:1 to 1:4 binder/aggregate (b/a) volumetric ratio [4, 5]. Those were the mortars used in the majority of buildings [4, 5]. Some studies of old tiles mortars application prove the formulations mentioned above: Ferreira [3], in her thermal analysis tests confirmed air lime mortars and obtained b/a ratios approximately 1:1 and 1:2 (b/a) and Mendes [7] obtained 1:1 to 1:4 (b/a) by chemical and thermal analysis.

The old tiles, widely used in Portugal as interior and exterior coverings, are in many cases detaching from the bedding mortar due to loss of adhesion; this fact occurs mostly due to the ageing of the lime and sand mortar [8] or to ageing of the tile/mortar system with severe impacts on the interface. According to Veiga [8], this anomaly is difficult to repair, requiring the replacement of tiles with new mortars.

The composition of replacement mortars for old buildings, according to most authors, should be similar or anyway provide similar characteristics to the original mortar. Veiga [8] states that the replacement mortar should be similar to the original in mechanical, capillarity, vapour permeability and drying characteristics. Ferreira [3] supports this opinion. T. Wijffels [9], in a study involving reapplication of old mortars complements these opinions, saying that new mortars with exactly the same composition as the old ones are not necessarily the most compatible and adds that in certain circumstances, a good composition involving cement can become, in some cases, a better solution. Fragata [10] states that aggregates grain size distribution influences mortars properties in different ways, and is therefore an important factor to attain for the design of replacement mortars.

However, the replacement of old tiles with cement mortars or modern adhesive mortars is completely inadequate [11]. These materials can cause cracks in the old tiles, introduce soluble salt contamination and reduce water vapor permeability of the wall, causing changes in water transport courses [8]. Cement also had excessive adhesion making reversibility difficult.

Antunes and Tavares [12], in a study of removal and replacement of glazed tiles, said that the addition of cement to the lime mortars should be avoided, as Portland cement transports alkaline ions that have a disastrous effect on the tiles.

The physical characteristics of mortars are very important for tiles' adhesion. The constituents variation results in mortars with different characteristics [13, 14, 15] that influence adhesion to tiles. Mortar/tile interface is the most important part of the system in the adhesion mechanism; the phenomenon responsible for the adhesion occurs in the interface; this phenomenon is mainly the penetration of water and fine particles of mortar in the tile and the binder carbonation inside the porous system of the background that promotes the connection of two layers: tile and mortar. At the interface a concentration of soluble salts or moisture can occur that may cause detachment of the tile. It is important to study the tile/mortar interface and the behaviour of the moisture flow and of soluble

salts in that area and in the substrate/mortar/tile system in order to optimize the new mortar for reapplication in order to create a system without a significant negative effect on the tile/mortar adhesion.

Lawrence [16] said, about the bond between lime mortar and brick, that the pore size of the brick surface and the rate of water absorption condition bond strengths. Similarly, the porous structure of tiles is very important in the adhesion mechanism. Water absorption and suction tests are relevant indicators of mortar penetration in tile porosity. A high mortar penetration in tile porosity leads to a stronger connection on the interface of the materials. The water absorption test of tiles indicates the total amount of water absorbed and the rate of initial absorption. The suction test of mortars by tiles indicates the amount of mortar absorbed by the tile, which will provide the connection.

The objective of this paper is to establish a basis to formulate mortars for the replacement of old tiles. Those mortars should be compatible with the substrate, should not deteriorate the tile and must provide an adequate adhesion to the substrate and the tile. Lime based mortars are the ones that respond best to these requirements [17].

The present paper analyses the porous structure of nineteenth century tiles. The porosity characteristics enable the selection of new tiles, that simulate the old tiles and are able to replace them for initial testing purposes. Suction tests were performed on the mortar/tile system. Several compositions of mortars applied in two different types of tiles were tested in order to understand the influence of some composition factors: grain size distribution, kneading water ratio and binder: aggregate ratio.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

2.1.1. Tiles

Three types of tiles were tested: old tiles from late XIX century (figs. 1 to 5); new ones with different porous structures; and old tiles replicas, produced to reproduce the characteristics of old tiles.

The old tiles were removed from old facades of Ovar city in an advanced state of degradation. The old tiles chosen are from the XIXth century and they were produced in different factories of the Porto region (North of Portugal); they were removed from different buildings.

Table 1 show the identification and origin of tiles used in the investigation.

2.1.2. Mortars

Three types of sands with different grain size distribution were used:

- FPS 120 (fine sand 0,01mm - 0,212mm);
- APAS 30 (medium sand 0,15mm - 0,71mm);
- Mix (mixture of three sands with different grain sizes (APAS 12, APAS 20 and APAS 30).



Figure 1 - AZA1



Figure 2 - AZA2



Figure 3 - AZA3



Figure 4 - AZA5



Figure 5 - AZA8

Table 1 - Factory and identification of old tiles, new tiles and old tile replica

Tiles		Factory	Identification
Old Tiles		?	AZA1
		?	AZA2
		JPV	AZA3
		AACosta	AZA5
		JPV	AZA8
New Tiles and old tile replica	Ceramic plates	Cerâmica do Liz	Ceramic
	Glazed	Revigrés	Glazed
	Glazed	Cinca	Glazed 1
	Glazed	Recer	Glazed 2
	Glazed	Recer	Glazed 3
	Porcelanic	Revígres	Porcelanic
	Porcelanic	Recer	Porcelanic 1
	Replica	Azupal*	Azupal
	Replica	Hcer*	Hcer
Replica	Primus* Victória	Primus Victória	

* The ceramic part of the tiles was produced in the factories Azupal, Hcer and Primus Victória and the glazing was done by “ACRA” (an atelier for conservation and restoration of tiles in Ovar municipality).

The purpose of Mix sand was to simulate the grain size distribution of a common siliceous sand very used in Lisbon region for wall covering works. The binder used in the study was hydrated lime (Lusical H100) from Lusical, classified as CL 90-S according to EN 459-1:2010. Mortars with two different kneading water ratio, resulting in flow values of 120 mm (rather dry consistence) and 160 mm (fluid consistence) and 1:2 and 1:3 binder/aggregate volumetric ratios (b/a) were prepared for suction tests (table 2).

Table 2 - Mortars composition

B/A (by volume)	Flow value (corresponding to different water content proportions)	Flow value [%]	Sand type	Water content (% of total weight)
1:2	120mm	20%	Mix	13.62
			APAS 30	15.13
			FPS120	16.18
	160mm	60%	Mix	16.32
			APAS 30	18.15
			FPS120	19.94
1:3	120mm	20%	Mix	14.90
			APAS 30	15.88
			FPS120	18.16
	160mm	60%	Mix	17.13
			APAS 30	18.59
			FPS120	20.41

2.2. Test methods

2.2.1. Capillary absorption of tiles

Samples were tested according to EN 1015-18:2002 [18], with the modifications needed for adjustment to a different nature, shape and size of the specimen. The tiles were placed with the glaze facing up. The tile had 1 mm contact with water along the test. The water absorption by capillarity curve was drawn according to the mass differences during 24 hours.

2.2.2. Drying of tiles

The drying test took place after water absorption by capillarity test with the same conditions, 20 ± 5 °C and 50 ± 5 % RH.

After the water absorption by capillarity test was over, the saturated specimens were placed in a flat board and their masses were periodically measured. Measurements were made until the specimens reached the asymptotic value of drying. Drying curve gives the rate of drying along the time of the test.

2.2.3. Water vapour permeability of tiles

Samples were tested according to EN 1015-19:1998 [19], adapted to the tiles geometry by using square faced recipients with the surface area some millimetres smaller than the tile surface. The equation used to calculate the water vapour permeability value was is: $\Pi = (1/((A\Delta p)/(\Delta G/\Delta t)-RA))* \Delta t$ [19], where: Δp is the differential pressure between interior and exterior; ΔG is the water vapour flux through the specimen area A; RA is the air gap between the specimen and the saturated salt solution; Δt represents the specimen thickness.

2.2.4. Porosity by Mercury intrusion of tiles

The mercury intrusion porosimetry test was performed according to ASTM D4404-84 [20], based on the measure of the mercury volume penetrating the tile pores by applying different pressures, using FILLING APPARATUS and AUTOSCAN60 equipment of QUANTACHROME.

2.2.5. Suction of mortars by the tiles

An original test was developed with the aim to make qualitative and quantitative analysis of the initial suction of mortars by tiles by measuring the gain of mass by each tile. The test consists on weighing the tile after removing the mortar followed by the calculation of the mass increase in a short time span.

Tiles were dried at a temperature of 105 ± 5 °C until constant mass was achieved and were then weighed.

The mortar was dropped from a height of 0,5 m within a plastic tube with an internal diameter of 110mm in the tile direction. The tile is covered with a glass fibre net (mesh 1mm x 1mm) in order to permit the detachment of the mortar without preventing suction.

After 5 min of contact, the tile was separated from mortar by pulling up all the material under the net; it was weighted and placed in an oven until constant mass. After constant mass the specimen was weighted again. The mass difference allows the calculation of the mass of water and fine particles absorbed by tiles. Figure 6 shows the test procedure and design.

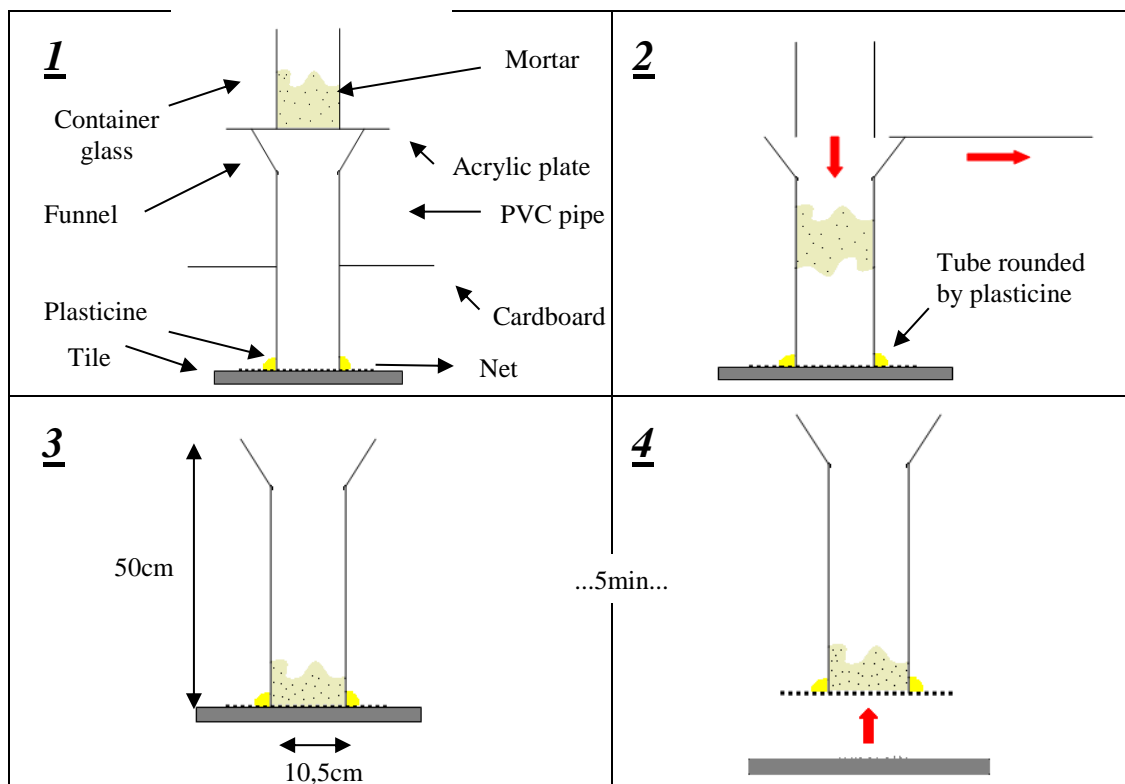


Figure 6 - Procedure of suction test

3. Results and discussion

3.1. Old tiles Characterization

3.1.1. Capillary absorption

The curves obtained in the capillary water absorption test are presented in figure 7.

The old tiles have high absorption values. The studied tiles are from the same period but present some variation in capillary absorption values. This variation may be due to production type and different techniques of each factory. The temperature and burning time are the factors that mostly influence the porosity of the ceramic material [7]. With the exception of AZA8 all old tiles reach an absorption value higher than 2,5 kg/m².

Concerning the initial absorption velocity, related to the absorption coefficient, the values of old tiles are very varied. The tile AZA8 has a very low capillarity coefficient compared to the other specimens. The tile AZA3 has an intermediate behaviour in this test.

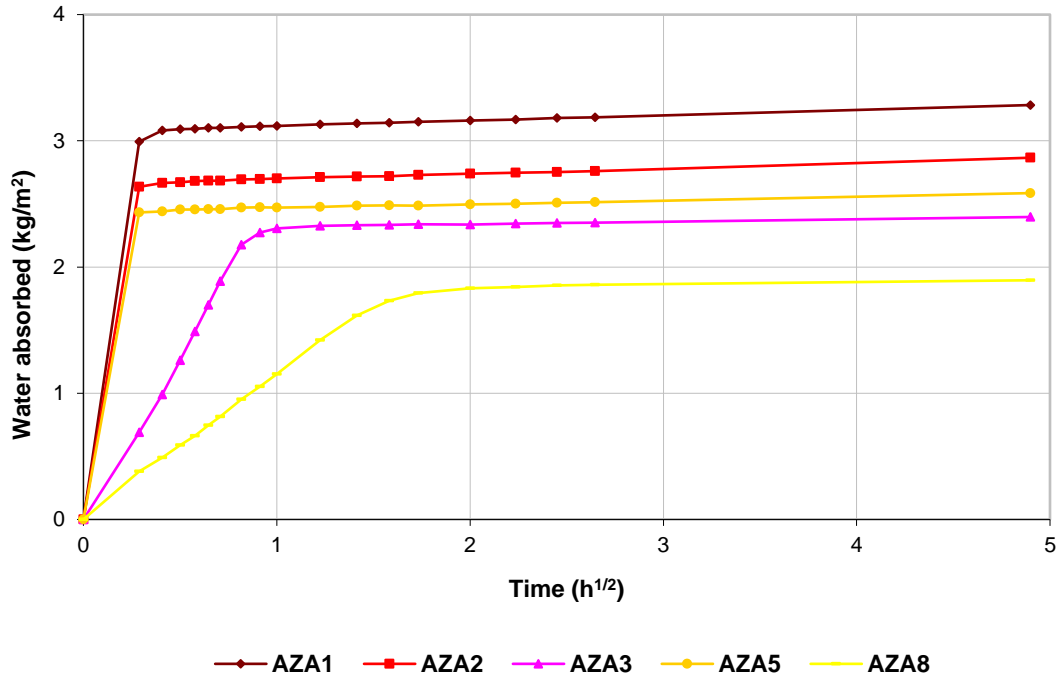


Figure 7 - Capillary absorption of old tiles

3.1.2. Drying

The curves obtained in the drying test are presented in figure 8.

The old tiles have a similar drying trend. The greatest volume of water evaporated is in first forty-eight hours.

The slowest drying tile is AZA8. This specimen presents a different drying curve from other specimens. These results were expected. In most cases there is direct correspondence between the capillary absorption and drying tests. The process essentially depends on the porosity and porous structure of the material.

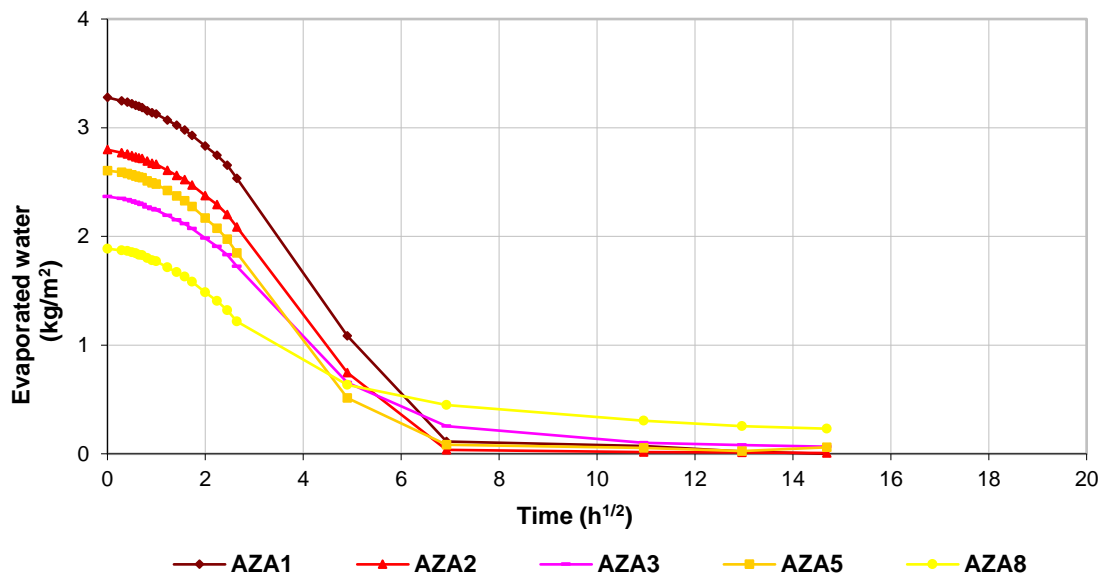


Figure 8 - Drying of old tiles

3.1.3. Water vapour permeability

The values of water vapour permeability are presented in table 3.

The permeability to water vapour test was carried out on the complete tile, glazed + ceramic part. The condition of the glazed part is a serious restraint to the water vapour crossing of water through the tile. The tiles AZA2 and AZA8 present high Π values, meaning they have the highest water vapour permeability values; these are the ones with a greater degradation of glaze as shown in Figures 2 and 5.

Table 3 - Water vapour permeability of old tiles

Old tiles	Π
	[kg/m.s.Pa x 10 ⁻¹¹]
AZA1	1.34
AZA2	2.30
AZA3	1.21
AZA5	0.97
AZA8	3.37

3.1.4. Porosity by Mercury intrusion (MIP)

The results of the MIP test are presented in Figure 9 and Table 4.

The tiles AZA1, AZA8 and AZA2 have a very concentrated distribution of pores. The pore size of these tiles is mainly between 0.1 μm and 1.2 μm and the greatest concentration of pores is in 0.5 μm

radius. AZA1 and AZA5 tiles have a higher total pore volume as seen in table 4, corresponding also to larger curve areas in Figure 9. The tiles AZA3 and AZA8, both from JPV factory, have a wider pore size distribution. These tiles have lower pore size and a smaller amount of pores with higher dimensions. AZA8 tile seems to have a different porous structure compared to others; the tile is less porous and has a greater number of finer pores, with highest concentration in 0,25 μm .

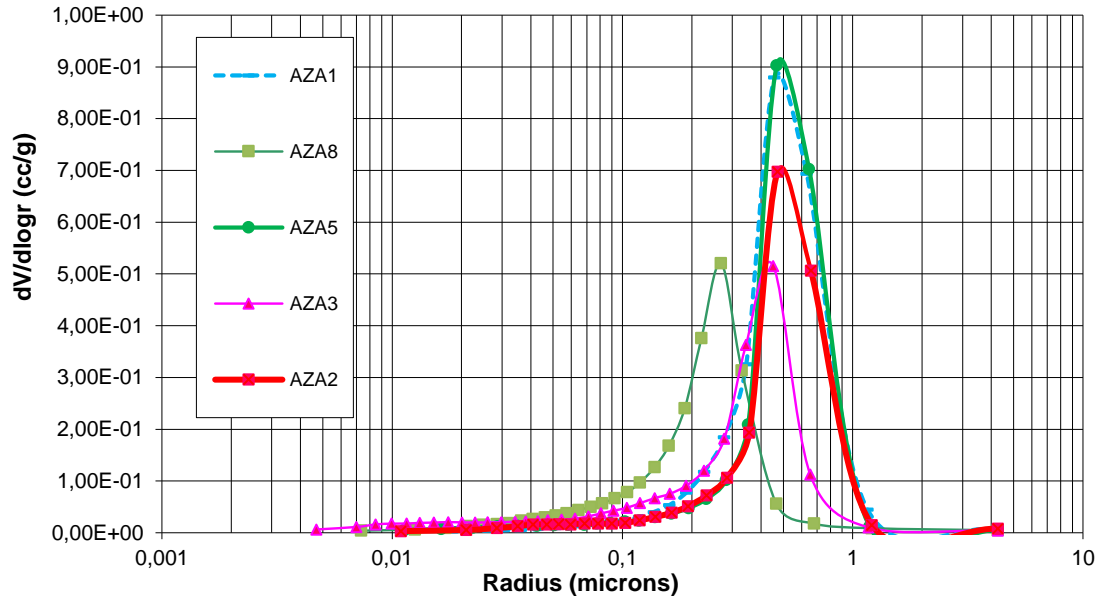


Figure 9 - Pore Volume Distribution of old tiles

Table 4 - Open porosity by mercury test of old tiles

Old Tiles	AZA1	AZA2	AZA3	AZA5	AZA8
Open porosity by mercury test [%]	47.4	39.0	40.1	43.7	34.0

3.2. Characterization of new tiles and old tile replicas

3.2.1. Capillary absorption

The curves obtained in the capillary water absorption test are presented in figure 10.

The new tiles have lower water capillary absorption than old tiles.

Porcelanic, Porcelanic1 and Glazed2 tiles are produced to achieve low porosity, as confirmed by figure 10.

Glazed and Porcelanic tiles were chosen as bases to test the mortars in the suction test, providing two substrates with rather different absorption characteristics. Glazed tiles have a high initial absorption and a reasonable, for the purpose, total amount of water absorption; Porcelanic tiles present very low

values in these two characteristics. Old tiles were not used for these preliminary suction tests because they are historical objects and they must be preserved as much as possible. The new tiles and replica results will be compared.

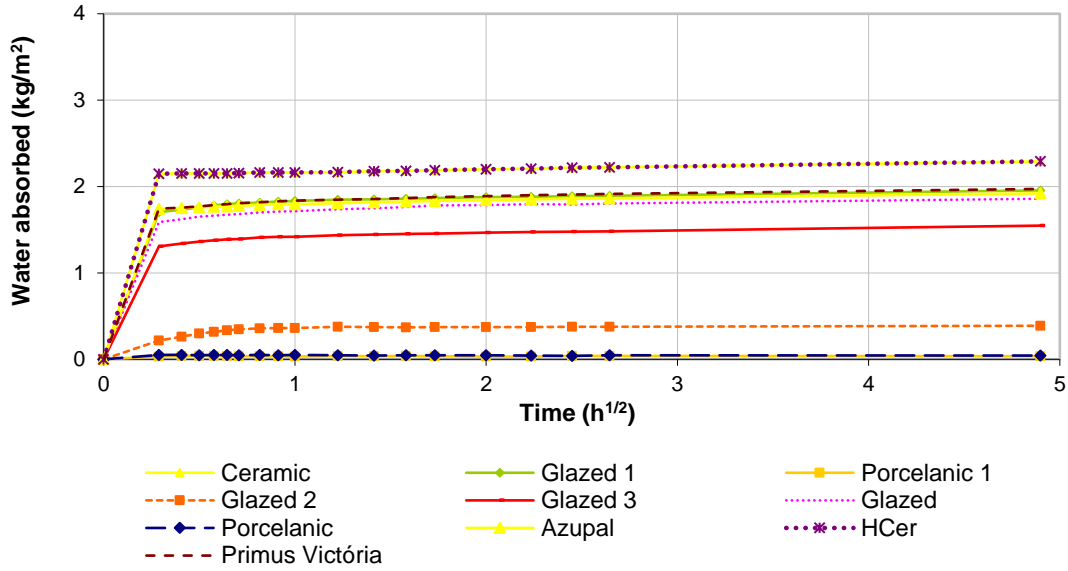


Figure 10 - Capillary absorption of new tiles and old tile replica

3.2.2. Drying

The curves obtained in the drying test are presented in figure 11.

The new tiles have the same drying model of the old tiles. The exception is Porcelain tile, which has such a low absorption that it doesn't have much water to evaporate.

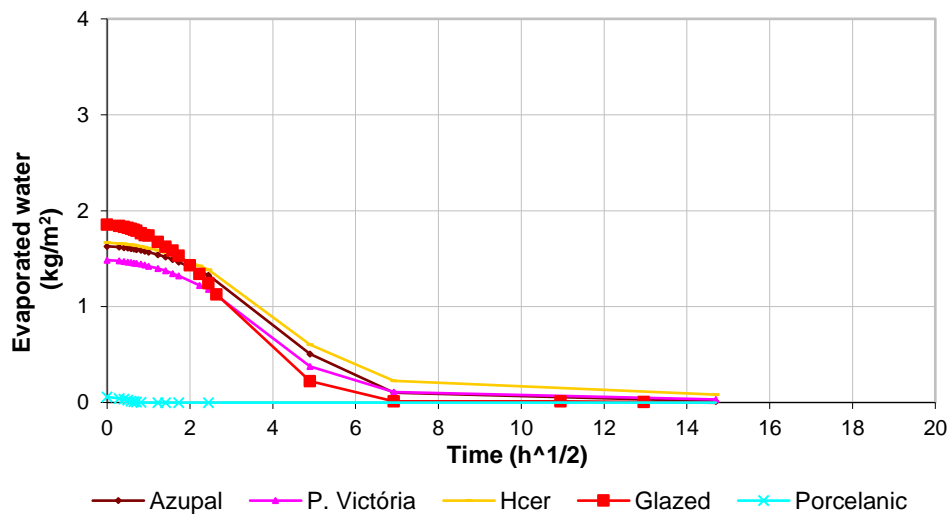


Figure 11 - Drying of new tiles

3.2.3. Water vapour permeability

The values of water vapour permeability are presented in table 5.

Hcer and Primus Victoria replicas have higher vapour permeability than other tiles. Compared to the old tiles, only Hcer replica presents values in the same range of old tiles values. The porcelanic tile approaches the totally impermeability. The Glazed tile has intermediate values. Azupal replica has a value pointing to very low water vapour permeability. However, the glaze thickness has the greatest influence on the water vapour permeability of the tiles.

Table 5 - Water vapour permeability of new tiles and old tile replica

New tiles and old tile replica		Π [kg/m.s.Pa x 10 ⁻¹¹]
New tiles	Glazed	0.24
	Porcelanic	0.02
Replica	Azupal	0.05
	Hcer	0.92
	Primus Victória	0.44

3.2.4. Porosity by Mercury intrusion

The results of the MIP test are presented in figure 12 and Table 6.

Porcelanic tiles have very low porosity and their pore size is probably out of the measure range of the used mercury porosimeter. The other tiles show similar pore size distributions. Azupal tile has slightly higher porosity and slightly smaller pores. The three specimens have a higher concentration of pores of about 0.7 μ m radius. The pore size distribution range of these tiles is larger than the old tiles and the maximum concentration radius is also larger.

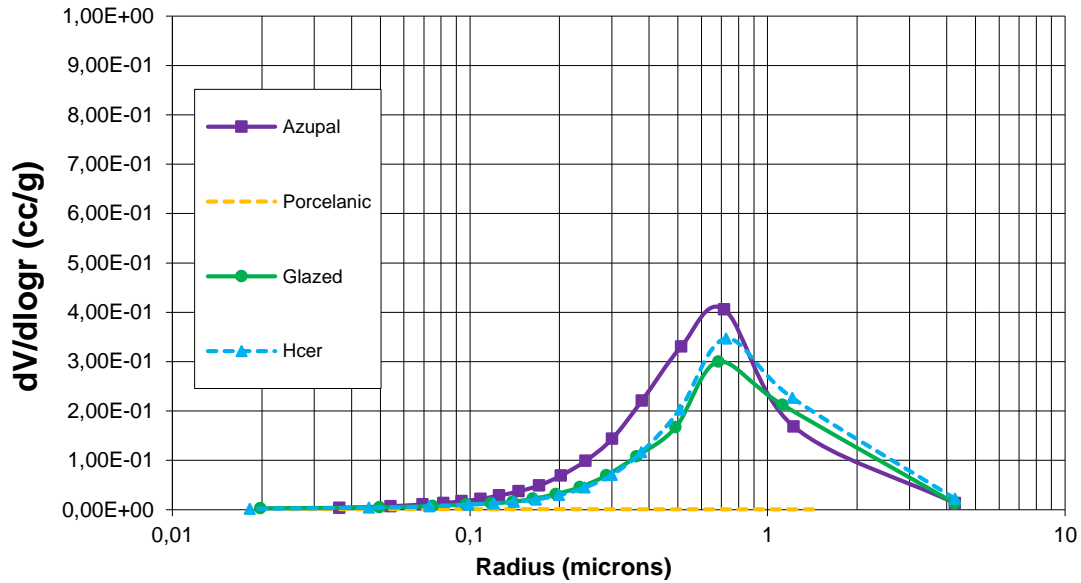


Figure 12 - Pore Volume Distribution of new tiles

Table 6 - Open porosity by mercury test of new tiles

New tiles	Glazed	Porcelanic	Azupal	Hcer
Open porosity by mercury test [%]	30.4	0.35	37.4	35.2

3.3. Tiles results discussion

Water absorption by capillarity is directly affected by porosity and pore size of tile. Water absorption is faster when pores size increases. The tiles AZA1, AZA2 and AZA5 had faster absorption as can be seen in Figure 7. Figure 9 shows that these specimens had larger pores. This phenomenon is similar to what happens in mortars. Botas [21] states that the capillary absorption is initially faster then it slows down until stabilization. The author also stated that in the smaller pores, in capillary range, the water absorption is slower. Arandigoyen [22] in its work with lime pastes, says that in 0,4-2,0 μ m diameter pore range, larger pore diameters lead to higher water capillarity coefficients. The behaviour of AZA2 and AZA3 tiles proves that the pore size is a preponderant feature for water absorption behaviour. Although the AZA3 tile had higher open porosity by mercury test than AZA2 tile, AZA2 larger pores lead to faster absorption.

The lower open porosity by mercury test of new tiles and replicas leads to lower capillary absorption values than old tiles. The influence of pores amount, in absorption rate characteristic, seems to overlap pore size influence. [23, 24]. The Porcelanic tile has lower water absorption due to its lower porosity.

The total amount of absorbed water also has a direct relation with the porosity. Higher open porosity by mercury test leads to higher amount of absorbed water. AZA2 tile is an exception. This tile absorbs more water than the AZA5 tile, however the values of porosity and absorption are very close.

The drying of the old tiles has direct correspondence with the water absorption by capillary action; a quick absorption leads to a quick drying. This trend is due to the porous structure of tiles. Pore size also affects drying. The tile AZA8 had a longer drying time because it has smaller pores than other specimens.

The new tiles have a drying kinetics similar to the old tiles. The initial drying rate is slower but stabilization occurs in identical times. The new tiles have porosity in the same range of AZA8 and initial values of evaporation are identical too. The smaller pores of AZA8 tile leads to a slow stabilization of the drying curve.

Porcelanic tile has different behaviour, related to its different porous structure, with much smaller pores and very low open porosity by mercury test.

The water vapour permeability test results can't be related to the other test results due to the preponderant effect of glaze and to the different conservation conditions of the tile glazing. The vapour permeability of tile, in samples with similar materials, increases with degradation of the glazing. These results are very important to study the behaviour of tiled facades and reveal the importance of adjacent materials in an old tile replacement with an old tile or replica. A replacement replica with low vapour permeability may accelerate the degradation of adjacent materials. In that area the water vapour doesn't pass and introduces an increment of pressure in adjacent materials. Hcer and Primus Victoria replicas present values of permeability to water vapour closer to the old tiles.

The old tiles have a marked peak of pores of about 0.5 μm radius. The new tiles have a high concentration of pores, but less significant in relation to the old tiles, of about 0.7 μm radius. Thus, new tiles seem to have lower porosity but slightly larger pores. This difference may have implications in the kinetics of absorption of water and fine particles of mortar. It can influence the adhesion as the mortar/tile bond depends on the tile pores filling.

3.4. Mortars – Suction test

The first step of suction test was to quantify the absorbed water by the tile in contact with the mortar. The results are presented in figs. 13 and 14.

As shown in figures 13 and 14, the increase of kneading water shows the expected trend of increasing water absorption by the tile. The highest differences in absorption are observed in mortars with APAS

30. On the other hand, the porcelanic tiles have lower water absorption values than glazed tiles. This trend was expected whereas the same was observed in the capillary test.

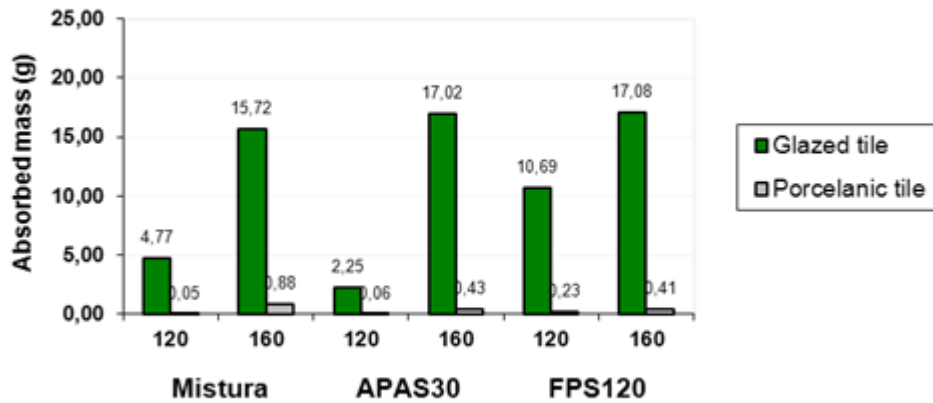


Figure 13 - Water absorbed of 1:2 ratio mortars

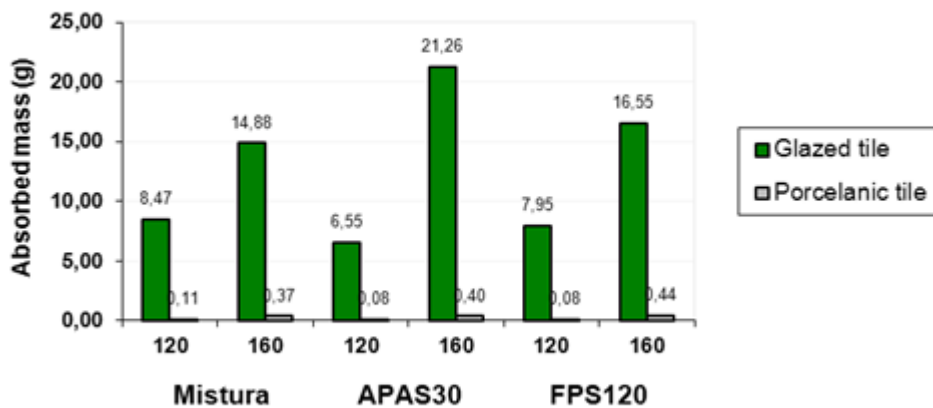


Figure 14 - Water absorbed of 1:3 ratio mortars

The amounts of water absorbed by the porcelanic tiles have a tenuous variation, the values are considered constant given that the differences are never greater than 0,04 g. The water absorption values of 1:3 b/a mortar with less kneading water applied on glazed tiles doesn't present significant differences, the average is of about 7,5 g. The mortars with higher amount of kneading water show a higher absorption by the tiles, as expected, and the one with APAS 30 sand (medium grain size)

has the highest absorption. Regarding the 1:2 b/a mortars, compositions with FPS120 sand together with those with APAS 30 have the highest absorption as shown by the tiles values.

The mortar with 1:2 b/a ratio has an average of 8 g lower water absorption by the tiles than the 1:3. After calculating the absorbed water, the tile was dried in order to calculate the absorbed mass, shown in figures 15 and 16.

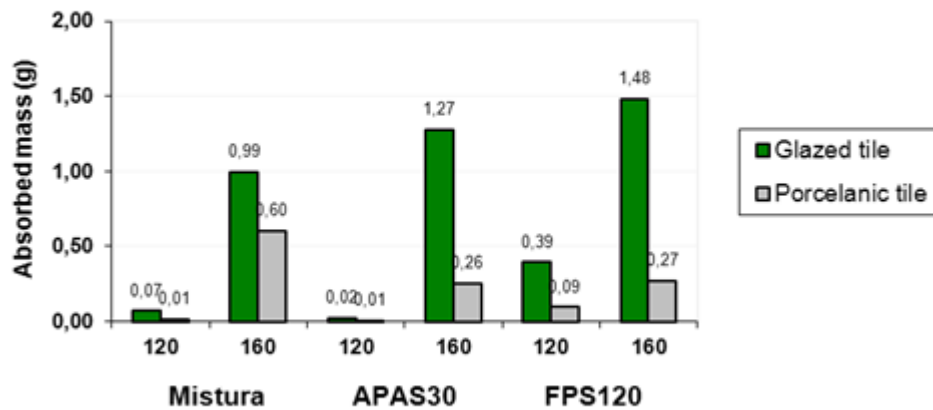


Figure 15 - Fine absorbed mass of 1:2 ratio mortars

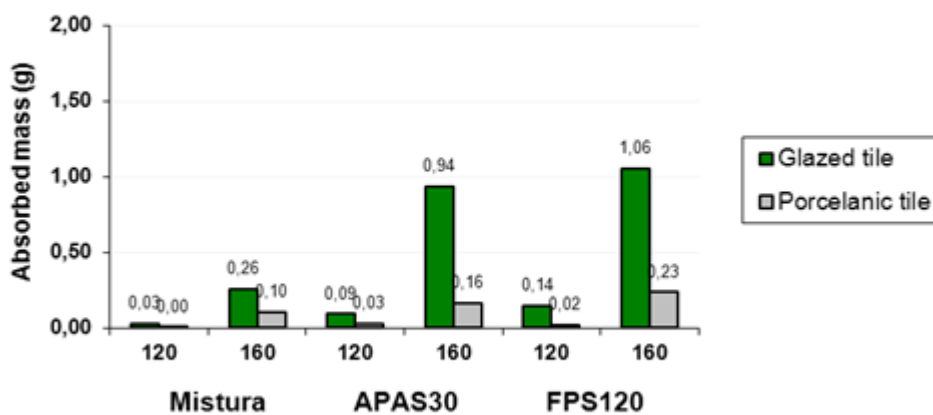


Figure 16 - Fine absorbed mass of 1:3 ratio mortars

The porcelanic tiles have much lower suction values of fines than glazed tiles.

The increase of kneading water in mortars leads to greater absorption of fine particles by the tiles. This difference is still more significant in 1:2 b/a mortar.

The increase of aggregate grain size leads to lower tile suction because fine particles have an easier penetration in tile porosity. The exception to this trend is 1:2 b/a, higher kneading water and Mix sand mortar applied in porcelanic tiles, which shows a value higher than expected; however, this result could be fortuitous.

Absorption of fine particles in 1:2 b/a is higher than in weaker mortars. All kinds of sand compositions had this result. APAS 30 sand with less kneading water mortars are the exception, however the values are similar and this difference may not be significant.

4. Conclusions

The porous structure of the late XIXth century tiles is a very important characteristic in the tile/mortar adhesion process.

Water absorption by capillarity is directly affected by porosity and pore size of tile. The old tiles have high absorption values, related to high open porosity by mercury test. The new tiles studied have lower water capillary absorption and lower open porosity by mercury test than old tiles. However, the new tiles predominant pore radius is slightly larger (about 0.7 μm) than the old ones (0.5 μm) and this may influence the bond between lime mortar and tile.

On the other hand, the drying kinetics is similar for new tiles and old tiles. Porcelanic tile is the only exception.

In tiles reapplication, an applied new tile must provide a similar permeability (to water and to water vapour) to the existing tiles of the facade. As the glaze strongly conditions the final value, it is possible to adapt the characteristics of the new tile glaze to provide similar permeability characteristics to the existing tiles in the facade.

Suction test is adequate to make qualitative and quantitative analysis of the initial suction of mortars by tiles by measuring the gain of mass by each tile. The increase of kneading water in mortars leads to greater absorption of fine particles by the tiles. The increase of aggregate grain size leads to lower tile suction because fine particles have an easier penetration in tile porosity.

The mortars for reapplication of old tiles must be adapted to old tiles porosity and one of the parameters is to have a good penetration in the tiles' porous structure. The mortars with best penetration in tile porosity are those with fluid consistence. These mortars are expected to provide a stronger bond with tiles.

Acknowledgements

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the Project PTDC/ECM/101000/2008 – AZULEJAR – Conservation of glazed ceramic tile facades and Revígres factory by providing the majority of tiles used.

References

- [1] M. F. Vaz, J. Pires, A. P. Carvalho, Effect of the impregnation treatment with Paraloid B-72 on the properties of old Portuguese ceramic tiles, *Journal of Cultural Heritage* 9 (2008) 269-276.
- [2] Teixeira, B.; Valente, C.; Velosa, A. L.; Veiga, M. R.; Ferreira, I.M. Development of lime based mortars for repairing glazed tiles coatings of historic buildings in the city of Ovar, Portugal. *Historical Mortars Conference, HMC2008*. LNEC, Lisboa; 24th to 26th September 2008.
- [3] Ferreira, Maria Isabel Moura - Revestimentos azulejares Oitocentistas de fachada, em Ovar. *Contributos para uma Metodologia de Conservação e Restauro*. Master thesis in Architectural and Landscape Heritage Conservation . Évora University, January 2008.
- [4] Leitão, Luiz Augusto - *Curso Elementar de Construções*. Lisboa: Imprensa Nacional, 1896.
- [5] Segurado, João Emílio dos Santos - *Materiais de construção*. Paris, Lisboa: Livrarias Aillaud e Bertrand, Livraria Francisco Alves, 4ª edição, nd (first half of the XX th century).
- [6] Velosa, A. L.; Veiga, M. R.; Coroado, J.; Ferreira, I. M. Characterization of glazed ceramic tiles and mortars from facades of the city of Ovar for conservation purposes. *International Seminar “Conservation of Glazed Ceramic Tiles. Research and practice”*. National Laboratory for Civil Engineering, Lisbon, April 15-16, 2009
- [7] Mendes, Marta Tamagnini - *Conservação e restauro de azulejo – Estudo de argamassas de reassentamento*. University of Lisbon. Department of Chemistry and Biochemistry, 2008. [Master thesis]
- [8] Veiga, M. Rosário; Conservation of historic renders and plasters; From laboratory to site. In 2nd *Historic Mortars Conference. RILEM Proceedings PRO 78*, Praga, 22-24-September 2010, pp.1241-1256. Invited lecture. ISBN:978-2-35158-112-4.
- [9] Wijffels T.; van Hees R. P. J.; Van Der Klugt L. J. A. R. *The Influence of Pointing Mortar on the Risk of Frost Damage to Masonry*. Final Report of project: Maintenance of Pointing in Historic Buildings: Decay and Replacement. November 2001.
- [10] Fragata, A.; Veiga M. R. Air lime mortars: the influence of calcareous aggregate and filler addition. *Materials Science Forum*, vols 636-637 (2010) p. 1280-1285, 2010 Trans Tech Publications, Switzerland. Doi10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.1280 (available in full text on the web via platform www.scientific.net).

- [11] Gonçalves, T.D.; Rodrigues, J.D.; Abreu, M.M.; Esteves, A.M.; Santos Silva, A. – “Causes of salt decay and repair of plasters and renders of five historic buildings in Portugal”. In Proc. Conference Heritage, Weathering and Conservation, Vol. 1, Balkema, Madrid, 2006, 273-284.
- [12] João L. F. Antunes, Deolinda Tavares. The removal and replacing of architectural glazed tiles - azulejos. A case study, in "El Estúdio y la Conservación de la Cerámica Decorada en Arquitectura", ICCROM, Roma, 2003, 22-27.
- [13] Reddy, B. V. Venkatarama; Gupta, Ajay; Influence of sand grading on characteristics of mortars and soil-cement block masonry. *Construction and Building Materials* 22 (2008), pp. 1614-1623.
- [14] Stefanidou, M.; Papayianni, I. The role of aggregates on the structure and properties of lime mortars. *Cement and Concrete Research* 27 (2005), pp. 914-919.
- [15] Mosquera, M. J.; Silva, B.; Prieto, B.; Ruiz-Herrera, E. Addition of cement to lime based mortars: Effect on pore structure and vapor transport. *Cement and Concrete Research* 36 (2006), pp. 1635-1642.
- [16] Lawrence, M.; Walker, P.; Zhou, Z.. Influence of Interfacial Material pore structure on the Strength of the Brick/Lime Mortar Bond. In: HMC2010 – 2nd Historical Mortars Conference. Prague, 2010.
- [17] Veiga, M. R.; Fragata, A.; Velosa, A. L.; Magalhães, A. C.; Margalha, M. G. Lime-based mortars: viability for use as substitution renders in historical buildings. *International Journal of Architectural Heritage* vol. 4 (2), pp.177-195, April-June 2010. Philadelphia: Taylor and Francis. Paulo B. Lourenço and Pere Roca eds. Special Issue: Select papers from HMC 2008 – The first Historical Mortars Conference. ISSN 1558-3058.
- [18] CEN 2002, Methods of test for mortar for masonry. Part 18: Determination of water absorption coefficient due to capillary action of hardened mortar. Brussels, EN 1015-18:2002.
- [19] CEN 2002, Methods of test for mortar for masonry. Part 19: Determination of water vapour permeability of hardened rendering and plastering mortars. Brussels, EN 1015-19:1998.
- [20] ASTM D4404-84(2004) Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.
- [21] Botas, S. Avaliação do comportamento de argamassas em climas frios. 2009, 160p. MSc thesis in Civil Engineering, Nova University of Lisbon.
- [22] Arandigoyen, M.; Pérez Bernal, J. L.; Bello López, M. A.; Alvarez, J. I. - Lime-pastes with different kneading water: Pore structure and capillary porosity. *Applied Surface Science* 252 (2005) pp. 1449-1459. Elsevier, 2005.
- [23] Magalhães, Ana Cristian; Moragues, Amparo; Veiga, M. Rosário. Application of some methods on evaluation of porous systems of wall renderings. VII Congreso Internacional de rehabilitación del patrimonio y edificación", Lanzarote, Julho de 2004.

[24] Magalhães, A.; Veiga, M. R. Physical and mechanical characterisation of ancient mortars. Application to the evaluation of the state of conservation. *Materiales de Construcción*, Vol 59(295): 61-77 doi: 10.3989/mc.2009.41907.

7. Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface

Artigo publicado: Sandro Botas, Rosário Veiga, Ana Velosa. "Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface", Materials Science Forum, Vols. 730-732, pp. 403-408, 2013

Abstract. This article deals with some of preliminary tests to study the adherence mechanism of lime mortars to late XIXth Century tiles. The bond between them is mainly physical. A water absorption by capillary test and a suction test were performed to study the parameters of mortar penetration in tiles porosity. The old tiles seem to have a higher porosity than new ones. Some of the new specimens can be used to simulate the old tiles in future tests without applying partially destructive tests to historical objects.

Keywords: Lime mortar, tile, bond strength, adherence

1. Introduction

Glazed ceramic tiled facades are a living testimony of cultural traditions and rich architectural elements found in many Portuguese buildings. The tradition of using glazed ceramic tiles dates back to centuries of existence but their industrialized production began in the nineteenth century. Nowadays, there are many degraded tile facades in urgent need of maintenance [1].

The degraded tiled facades interventions must take into account the characteristics of tile, mortar (mostly air lime mortar) and sustaining walls. In the majority of interventions it is necessary to reapply the old detached tiles implying the consequent use of new mortar. The new mortar must have characteristics that will provide good adherence to tile and sustaining wall, compatibility with existent materials and durability, never compromising the reversibility of its use [2].

The bond between sand lime mortars and tiles is mainly physical [3]. The adherence mechanism is formed in the tile/mortar interface. The fine particles of mortar, water transported, penetrate into the porous structure of the tile and the connection begins to develop with the carbonation of the binder inside the tile pores [4].

The purpose of this work is to study the mechanism of adherence, aiming at developing lime based compatible mortars for reapplication of old tiles.

Several old tiles were characterized in order to assess the water transport characteristics of their surface and some new tiles were then selected and characterized as well.

Some sand air lime mortar compositions were developed, varying grain size of sand, binder/aggregate ratio and water content. These mortars were applied in the pre-selected new tiles

with diversified water absorption by capillarity characteristics to verify adherence and suction of these specimens.

A suction test was developed and aims at evaluating the initial penetration (first 5 minutes) of water and fine particles in these tiles. The test permits to evaluate the influence of the grain size distribution, the binder/aggregate proportion and the water/binder ratio on the initial behaviour of the interface between mortar and tile. The influence of the water absorption characteristics is assessed as well.

The mortars showing best characteristics on the suction test will be then used for the application of tiles with different characteristics, both new and old ones, and subjected to adhesion tests.

The results of this phase permitted to understand the main parameters influencing the adherence between tiles and lime mortars, in order to develop, in a second phase, more complex lime based mortars.

2. Materials and Test Methods

2.1. Water absorption by capillarity

2.1.1. Materials

Two types of tiles were tested, old tiles that belong to late XIX century and new ones with different porous characteristics.

The old tiles were removed from old facades of Ovar city in an advanced state of degradation. This samples were produced by “Pereira Valente”(JPV), “Devesas” and “AACosta”(AACosta) factories. The new tiles used were from “Revígrés”, “Recer”, “Cinca”, “Hcer” (old tiles replicas) and “Cerâmica do Liz” (unglazed ceramic plates) factories. Table 1 shows the origin and identification of tiles used in the investigation.

Table 1 – Origin and identification of tiles

Tiles	Factory	Identification
Old tiles	?	AZA1
	?	AZA2
	JPV	AZA3
	AACosta	AZA4
	AACosta	AZA5
	JPV	AZA8
Ceramic plates	Cerâmica do Liz	AZNC
Glazed	Cinca	AZN2
Porcelanic	Recer	AZN5
Glazed	Recer	AZN8
Glazed	Recer	AZN11
Glazed	Revígrés	AZN14
Porcelanic	Revígrés	AZN17
Replicas	Hcer	REP1

2.1.2. Procedure

Samples were tested following the procedure of Fe Pa 40 LNEC [5] test procedure developed for determination of water absorption by capillarity of conservation mortars.

2.2. Suction of mortars

2.2.1. Materials

The binder used in the study was hydrated lime (Lusical H100) from Lusical. Three types of sands with different grain size distribution were used: FPS 120, fine; APAS 30, medium; Mistura, mixture of three sands with different grain sizes (APAS 12, APAS 20 and APAS 30). The purpose of Mistura sand was simulating the grain size distribution of Tejo river sand, which is a natural sand often used in rendering mortars in Lisbon region. Some mortars with two different kneading water proportions, resulting in flow values of 120 mm (rather dry consistence) and 160 mm (fluid consistence) and 1:2 and 1:3 binder/aggregate ratios (b/a) were prepared.

The tiles used in this test were chosen according to capillary absorption characteristics.

2.2.2. Procedure

Suction tests of lime mortars by tiles are not addressed in any known normative document. An original test was developed with the aim to make qualitative and quantitative analysis of the initial suction of mortars by tiles. Qualitative analysis was carried out by visualization and quantitative by measuring the gain of mass by tile. The test consists on the observation of the tile after removing the mortar followed by the calculation of the mass increase in the short time.

Tiles were dried at a temperature of $105 \pm 5^\circ\text{C}$ until constant mass⁶ and were then weighed.

The mortar was dropped from a height of 0.5m within a plastic tube with an internal diameter of 110mm in the tile direction. The tube was supported by plasticine. The tile is covered with a glassfibre net in order to permit the detachment of the mortar without preventing suction. Figures 1 and 2 present the test design and the procedure, respectively.

⁶ - The “constant mass” is considered to be reached when the values of two successive weighing, in a 24h interval, do not differ more than 0.1%.



Figure 1 – Suction test

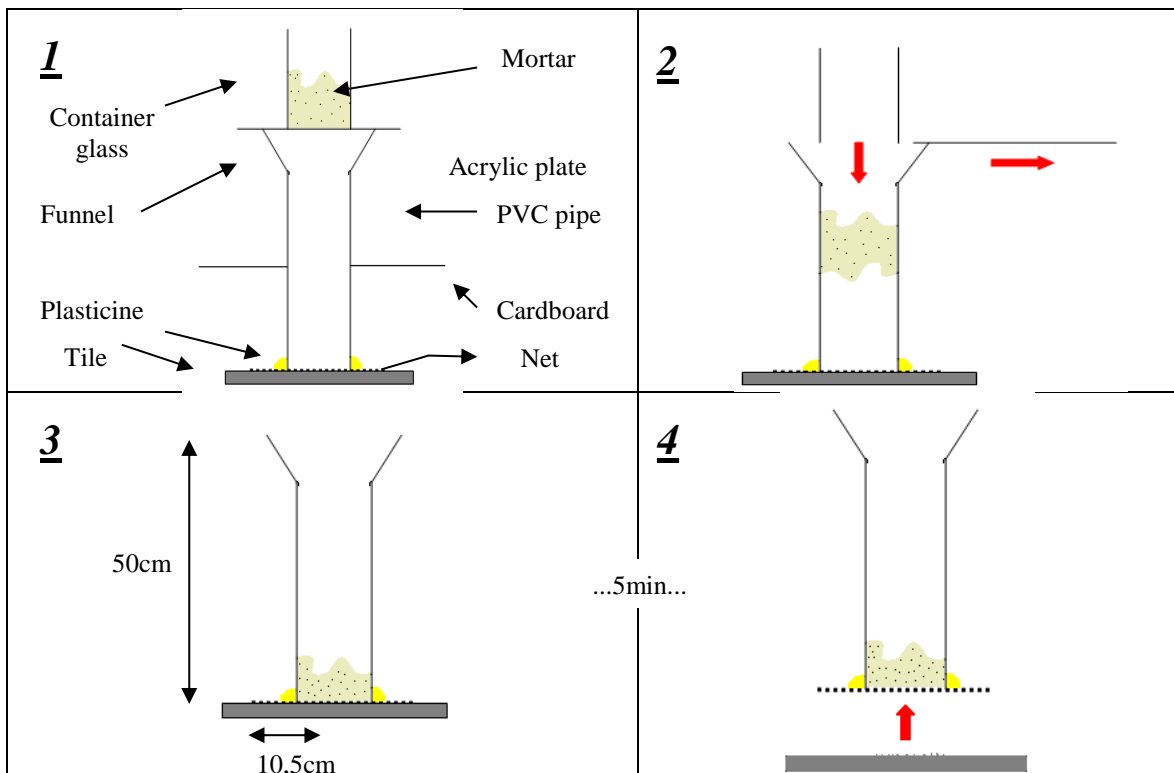


Figure 2 – Suction test procedure

After 5 min of contact, the tile was separated from mortar by pulling up all the material under the net; it was weighted and placed in an oven until constant mass. After constant mass the specimen was weighted again. The mass difference allows to calculate the mass of water and fine particles absorbed by tiles.

3. Test results and discussion

3.1. Capillary absorption

The absorption of water by capillary action was analyzed in terms of total amount of water absorbed and initial 5 min of absorption by capillarity coefficient. Table 2 shows the kinetics of water absorption and capillarity coefficient.

Table 2 – Capillarity coefficients and water absorbed

Identification	Capillarity coefficient (kg/m ² .s ^{0.5})	Asymptotic value of capillary absorption (Kg/m ²)
AZA1	10.37	3.28
AZA2	9.13	2.87
AZA3	2.39	2.40
AZA4	4.69	2.61
AZA5	8.43	2.59
AZA8	1.32	1.90
AZNC	1.88	1.69
AZN2	5.90	1.96
AZN5	0.12	0.04
AZN8	0.75	0.39
AZN11	4.53	1.55
AZN14	5.51	1.86
AZN17	0.17	0.04
REP1	6.30	1.94

The old tiles have higher absorption values. With the exception of AZA8 all old tiles reach an absorption value higher than 2.5 kg/m², indicating greater porosity than the other type of tiles. Replicas (REP1), Cinca (AZN2) and Revígres glazed tiles (AZN14) have approximate values to old tiles in absorption characteristics.

Regarding the absorption coefficient, the values of old tiles are very varied but their average is higher than the other specimens. AZN5, AZN8 and AZN17 tiles are produced to achieve low porosity, as confirmed by values in Table 2.

According to their absorption characteristics, AZN14 and AZN17 were chosen as bases to test the mortars for the suction test. AZN14 has a high initial absorption and a reasonable, for the purpose, total amount of water absorption; AZN17 presents very low values in these two characteristics. Old tiles were not used for these preliminary suction tests because they are historical objects and they must so be preserved.

3.2. Suction of Mortars

3.2.1. Absorbed water

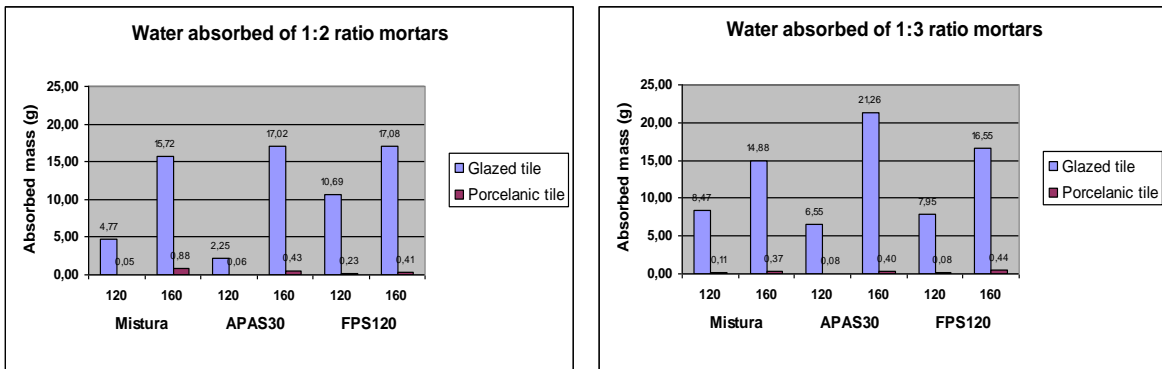


Figure 3 – Water absorbed mass of mortars
120 – low water proportion; 160 – high water proportion; Mistura, APAS 30 and FPS 120 – Sand types

As shown in fig. 3, the increase of kneading water shows the expected trend of increasing water absorption by the tile. Mortars with APAS 30 sand have higher differences in absorption. The glazed tiles have higher water absorption values than porcelanic. This trend was expected whereas the same was observed in capillary test.

The amounts of water absorbed by the porcelanic tiles have a tenuous variation, given that the differences are never greater than 0.04 g, the values are considered constants.

The water absorption values of 1:3 b/a mortar with less kneading water applied on glazed tiles don't present significant differences, the average is about 7.5g. The mortars with higher amount of kneading water show a higher absorption, as expected, and the one with sand APAS 30 (medium grain size) has the highest absorption. Regarding the 1:2 b/a mortars, compositions with FPS120 sand have the highest absorption values, but those with APAS 30 reach values only slightly lower.

The mortar with 1:3 b/a ratio have higher water absorption than the 1:2, in average 8g higher.

3.2.2. Absorbed fine particles

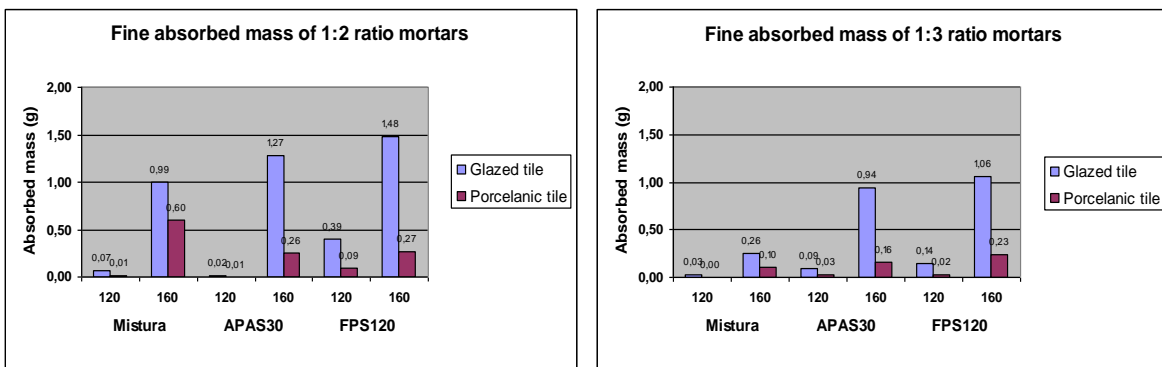


Figure 4 – Fine absorbed mass of mortars
120 – low water proportion; 160 – high water proportion; Mistura, APAS 30 and FPS 120 – Sand types

The analysis of fig. 4 shows that the increase of kneading water in mortars leads to greater absorption of fine particles by the tiles. This difference is more significant in 1:2 b/a mortar.

The glazed tiles have suction values of fines far superior to porcelanic tiles.

The decrease of aggregate grain size leads to higher tile suction because fine particles have an easier penetration in tile porosity. The exception to this trend is 1:2 b/a, higher kneading water and Mistura sand mortar applied in porcelanic tiles, which shows a value higher than expected; however this result seems to be fortuitous.

Absorption of fine particles in 1:2 b/a is higher than in weaker mortars. This result is noticed in all kinds of sand compositions. APAS 30 sand with less kneading water mortars are the exception, however the values are similar and this difference may not be significant.

4. Conclusions

The old tiles from the beginning of industrialization have different characteristics from those that nowadays are mass produced and used; they had higher water absorption values probably due to higher porosity.

Water absorption test by capillarity is a good early indicator to choose the tiles for suction test. In turn, mortar suction test is an indicator of solid and liquid penetration on tiles porosity during the initial contact between mortar and tile, this initial moment being very important to establish the adhesion mechanism which occurs in the materials interface.

The old tiles have fast initial absorption and high volume of water absorbed, that is usually greater than 2.0 kg/m². Replicas and some of new tiles have approximate absorption characteristics. Porcelanic tiles are much less absorbent than modern glazed tiles.

Suction test shows that the increase of kneading water in mortar leads to greater penetration of fine particles in tiles pores. The decrease of aggregate grain size leads to higher absorption by tiles; it provides an easier penetration in tile porosity. Fine particles absorption of 1:2 b/a mortars is higher than that of weaker binder mortars. The results of the test applied to modern tiles and to replicas permitted to establish a trend that enables the extrapolation for the suction of mortars to old tiles, without applying partially destructive tests to historical objects.

These results are very important for the next tests in order to assess the adhesion of mortars to old tiles and to replicas. However, the final results must be validated with adhesion tests in old tiles, both in laboratory and on experimental *in situ* applications.

5. Acknowledgement

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the Project PTDC/ECM/101000/2008 – AZULEJAR – Conservation of glazed ceramic tile facades and Revígres factory by providing the majority of tiles used.

6. References

- [1] A. L. Velosa, M. R. Veiga, J. Coroado, I. M. Ferreira, Characterization of glazed ceramic tiles and mortars from facades of the city of Ovar for conservation purposes, International Seminar “Conservation of Glazed Ceramic Tiles. Research and practice”, April 15-16, 2009, Lisbon.

- [2] S. Botas, Testing the behaviour of mortars in cold climates (in Portuguese), MSc thesis in Civil Engineering, Nova University of Lisbon, 2009.

- [3] Roel Hendrickx, Staf Roels, Koenraad Van Balen, Water Transport between Mortar and Brick: the Influence of Material Parameters, 2nd Historic Mortars Conference HMC2010 and RILEM TC 203-RHM Final Workshop, 22-24 September 2010, Prague.

- [4] Mike Lawrence, Pete Walker, Zhaoxia Zhou, Influence of Interfacial Material Pore Structure on the Strength of the Brick/Lime Mortar Bond, 2nd Historic Mortars Conference HMC2010 and RILEM TC 203-RHM Final Workshop, 22-24 September 2010, Prague.

- [5] LNEC FE PA 40 - Revestimentos de paredes. Ensaio de absorção de água por capilaridade para amostras irregulares e friáveis, MOPTC, LNEC, NRI, ABRIL 2005.

8. Adhesion of air lime based mortars to old tiles. Moisture and open porosity influence in tile/mortar interface

Artigo publicado: Sandro Miguel dos Santos Botas, Maria do Rosário Silva Veiga, Ana Luísa Velosa. " Adhesion of air lime based mortars to old tiles. Moisture and open porosity influence in tile/mortar interface ", Journal of Materials in Civil Engineering Vol. 27, Issue 5 (May 2015)

Abstract

The use of tiles in Portuguese facade coatings began in the 19th century with industrialized production of tiles. Nowadays, many of 19th century facades are degraded, in urgent need of maintenance. New bonding mortars must be developed in order to substitute the existent ones. Compatibility, durability and reversibility with the old materials must be respected.

The tile/mortar adhesion strength is a very important characteristic in old tiles reattachment. It mostly depends of characteristics of mortars, porosity and moisture content of tiles. Mortar in contact with a wet tile will have different binding characteristics than that in contact with a dry tile.

This work studies the adhesion of lime based mortars to old tiles and the influence of moisture and open porosity in the tile/mortar interface. New tiles with similar porous characteristics as 19th century tiles were used. A new designed test was used to test the tile/mortar adhesion strength. The composition of mortars and moisture content of tiles was varied.

Some trends of variation of mortars compositions and moisture condition of tiles were observed in tile/mortar adhesion strength. The increase of moisture in tiles causes the increase of mortars' open porosity. Mortars applied in wet tiles have higher values of adhesive strength than mortars applied in dry tiles. The tile/mortar adhesive strength increases with increasing open porosity of the mortar in the interface.

Introduction

Glazed ceramic tiles are used in Portugal since the 19th century (Santos et al. 2012; Vaz et al. 2008). These elements are very important historic landmarks of Portugal. The use of tiles in facade coatings began in 19th century with their industrialized production. Figure 1 shows a tiled facade in Ovar city. Nowadays many tiled facades from the 19th century are in a degraded situation and in urgent need of maintenance. To maintain the tiled facades and prevent the degradation of the materials is extremely important.



Figure 1 - Tiled facade in Ovar city

Nineteenth century mortars in Portugal were ordinary air lime + sand mortars (Botas et al. 2014) used for the majority of buildings in all speciality works. The compositions were usually 1:1 to 1:4 binder/aggregate (b/a) volumetric ratio and all the materials used were from the surrounding areas of the construction. In Portuguese tiled facades, the mortars used had the same constituents and b/a proportions described before (Ferreira 2008).

According to most authors, the composition of replacement mortars for old buildings should be similar or provide similar characteristics to the original mortars. The replacement mortars should be similar in capillarity, vapour permeability, mechanical and drying characteristics in order to ensure the maximum compatibility of the materials (Veiga 2010; Fragata and Veiga 2010).

The replacement of old tiles with cement mortars is entirely inadequate. Cement mortars are chemically and mechanically incompatible with old materials causing cracks in old tiles, introducing soluble salts (Callembaut et al. 2001), reducing water vapour permeability of the wall, causing

changes in water transport courses. They also have a shorter lifetime and they have an excessive mortar/tile adhesion compromising the reversibility of their interventions.

The physical characteristics of mortars are dependent of their constituents (Reddy and Gupta 2008; Stefanidou and Papayianni 2005; Mosquera et al. 2006). The chemical and physical characteristics of mortars influence tile/mortar adhesive strength, which occurs in the tile/mortar interface. The phenomenon is mainly due to the penetration of fine particles and water from the mortar into the tile; the binder carbonates inside the porous system of the tile and promotes the connection of two materials, tile and mortar.

The hydrothermal condition of the support material on which the mortars are applied has much influence on their adhesive strength. A mortar in contact with a wet support will have different binding characteristics than that in contact with a dry support (Derluyn et al. 2011). The old tiles were generally applied without joints; gaps are often observed in the tiled facades and cracks in tiles, in both cases due to hydrothermal expansion. This phenomenon was prevented by wetting the tiles to ensure dilation before the application.

The present paper determines the influence of moisture content of tiles in tile/air lime mortars interface. New and old 19th century tiles were characterized in terms of water absorption and porous characteristics. Moisture content of tiles, aggregates grain size distribution and b/a ratio of mortars were varied. Dry, moist (1 s in water immersion) and immersed (immersed during 24 h) conditions of new tiles were used for mortar application and adhesive strength test. New tiles with porous characteristics similar to 19th century tiles were used, to avoid destructive tests on historic tiles. Tile/mortar adhesive strength tests and open porosity tests were performed.

The classic pull-off test, EN 1015-12 (CEN 2002a) is not an adequate test for air lime based mortars. These are low strength mortars and the test doesn't have the precision required in low strength values range. A new tile/mortar adhesion test was designed and performed in order to study the constituents' variation of mortars and influence of moisture in tile/air lime mortar interface for the reattachment of old 19th century tiles.

Experimental

Materials

Three types of tiles were tested: old tiles from the 19th century, a new tile and new tile replicas with porosity characteristics similar to those of 19th century tiles;

The old tiles were removed from old facades of Ovar city in an advanced state of degradation. They were produced in different factories of Porto region, in the North of Portugal by "Devesas" and "José Pereira Valente" (JPV) factories; they were removed from different buildings. Table 1 shows the tiles identification.

Table 1 - Tiles identification

	Factory	Identification
Old tiles	(Unknown)	A1
	(Unknown)	A2
	JPV	A3
	Devesas	A5
	JPV	A8
New tile	Révigrés	Glazed
New tile replicas	Azupal	R1
	Hcer	R2

Three types of sands with different grain size distribution were used: FPS 120 (fine sand 0,01mm - 0,212mm); APAS 30 (medium sand 0,15mm - 0,71mm); Mix (mixture of three sands with different grain sizes (APAS 12, APAS 20 and APAS 30). Mix sand aims to simulate the grain size distribution of siliceous sand commonly used in wall covering works in Lisbon region. The grading curves of sands are showed in figure 2. The binder used in the work was hydrated lime (Lusical H100), classified as CL 90-S according to EN 459-1:2010 (CEN 2010).

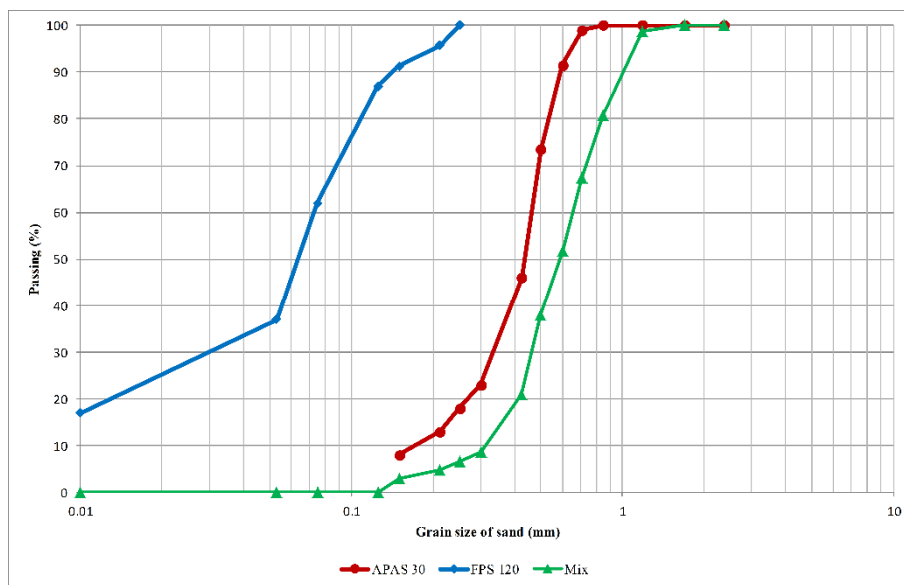


Figure 2 - Grading curves of sands

Test program

The general procedure used in the mortar mixing was based on the European Standard EN 1015-2:1998 (CEN 1998). Mortars with 1:2 and 1:3 (b/a) volumetric ratio were prepared. Table 2 shows the mortars identification. The mortars were prepared with a sufficient quantity of water in order to obtain 160mm (fluid consistency) in the flow table test (CEN 1999a).

Table 2 - Mortars identification

Mortars	Aggregate type	b/a ratio	w/b ratio
2M	Mix	1:2	1.78
2A	APAS 30	1:2	1.92
2F	FPS 120	1:2	2.28
3M	Mix	1:3	2.72
3A	APAS 30	1:3	2.86
3F	FPS 120	1:3	3.25

The testing program included the determination of the fresh mortars consistency and physical characteristics: open porosity – 18 specimens, adhesion to tiles – 72 specimens (four specimens for each different application type) and variation of open porosity of mortars in applications – 216 specimens, (three specimens for each application). All the tests on hardened mortars were done at 90 days of curing.

Test methods for mortars and tiles characterization

Tiles and mortars were tested for water absorption by capillarity according to the European Standard EN 1015-18:2002 (CEN 2002b). To test tiles the modifications needed for adjustment to a different nature were performed, namely shape and size of the specimen. The tiles were placed with the ceramic part facing down. The tile had approximately 1 mm contact with water along the test. The water absorption by capillarity was calculated according to the mass differences during 24 hours.

The mercury intrusion porosimetry test in tiles was performed according to American Standard (ASTM D4404-84 2004), based on the measurement of the mercury volume penetrating the tile pores by applying different pressures, using FILLING APPARATUS and AUTOSCAN60 equipment of QUANTACHROME.

The open porosity of the mortars and tiles was determined by hydrostatic weighing after vacuum immersion (RILEM TC 25-PEM 1980; CEN 1999b). This method combines the results of three weighings: dry sample, immersion weighing and water saturated sample. Open porosity values of mortars were calculated as the volume of pores, in percentage. In mortars, open porosity test was performed in prismatic specimens (16x4x4 cm) and in pieces of mortar extracted from applications after the adhesive strength test was performed, using samples of 30x30mm whose tops were the layers that were in contact with the tile. A few samples were slightly smaller than these dimensions due to the cohesive rupture that occurred in adhesion test.

Adhesive strength test method

A new adhesive strength test was developed in order to adapt the "pull-off" method to weak mortars, for which this technique reveals difficulties of application. Mortar is applied between two equal tiles (100x100mm) with a thickness of 20mm. The procedure is to apply a certain amount of mortar on a tile and then squeeze the mortar with a second tile with a uniform tension, then hit it with a rubber

hammer until the mortar thickness achieves 20mm. On the other surface of the tile (the glazed surface) a metal plate is glued where the universal force machine (ETI–HM-S with a 2 KN cell) is connected. The test was performed by applying a tensile force of 5N/s at the two metal plates to pull-out tiles from mortar. Figures 3 and 4 show the test scheme and test specimen. Tiles with 3 different moisture contents were used for mortars applications: 1) Dry tiles: dried in oven at 60° C for 24 hours; 2) Moist tiles: immersed in water for 1 s; 3) Immersed tiles: immersed in water during 24 hours.



Figure 3 - Adhesive strength test specimen



Figure 4 - Adhesive strength test scheme

Results and Discussion

Tiles

Table 3 - Water absorption and open porosity

	Identification	Capillarity coefficient (kg/m ² .min ^{0.5})	Asymptotic value of capillary absorption (Kg/m ²)	Open porosity [%]
Old tiles	A1	1.34	3.28	40.01
	A2	1.18	2.87	37.51
	A3	0.31	2.40	27.16
	A5	1.09	2.59	36.41
	A8	0.17	1.90	25.62
New tile	Glazed	0.71	1.86	25.44
New tile replicas	R1	0.78	1.92	32.21
	R2	0.96	2.29	30.31

According to Table 3, the majority of old tiles have higher absorption values than new tiles and replicas. This factor relates to the higher open porosity of the ceramic part of tiles. The old tiles present a large range in porosity values. These differences may be due to the different techniques in production of each factory. Even in tiles of the same factory, old tiles A3 and A8, different values of open porosity were verified. This may be caused by differences in the production process and in the use of raw materials over time.

The values of capillarity coefficient of the replicas and the new tiles are close to the average values of old tiles. The old tiles A3 and A8 present lower values than the other old tiles. Large differences between new tile and new tile replicas were not observed. The replica R2 presents slightly higher values than the other replica but the difference is not significant.

There are no new tiles with porous characteristics rigorously identical to the old ones, as was demonstrated in previous work (Botas et al. 2012) that analysed absorption characteristics of 8 different new tiles. The new tile presented in this study was one of the specimens analysed that showed higher similarities with the old tiles. In the same study (Botas et al. 2012) a mortar suction test was performed, and it was concluded that the porous structure of the tiles influence the suction and the adhesion of mortar.

The old tiles have a very concentrated distribution of pores (Figure 5). Tiles A1, A2 and A5 have similar pore size distribution, mainly between 0.1 µm and 1.2 µm and the greatest concentration of pores of 0.5 µm radius. Tiles A3 and A8 have a different pore size distribution. These tiles have lower average pore size and a smaller amount of pores with higher dimension. This explains the lowest open porosity presented in Table 3.

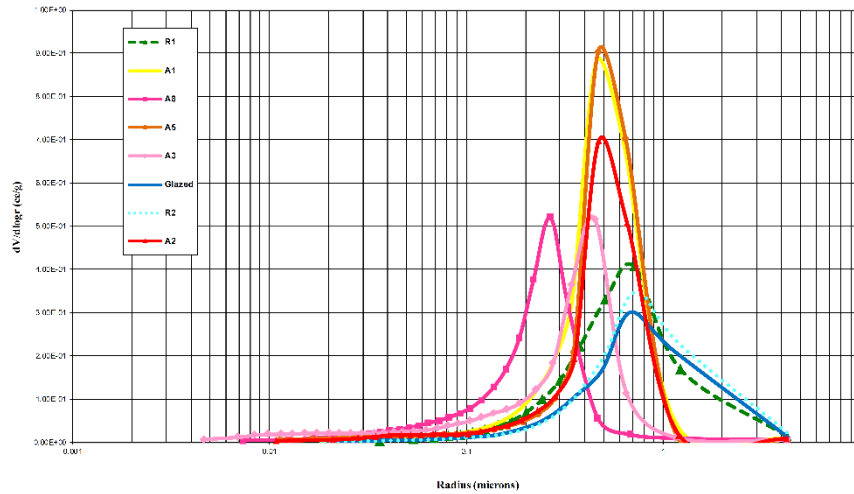


Figure 5 - Pore volume distribution of tiles

The new tile and replicas had similar average values of open porosity than old tiles, but show differences in pore size distribution. The pore size distribution range of these tiles is larger than the old tiles and the maximum concentration radius is also larger. The three specimens have a higher concentration of pores of about 0.7 μm radius.

The average values of open porosity and water absorption are similar between old tiles and the new tiles selected for testing; although the pore size distribution is somewhat different, it was considered that for a first approach it would be adequate to perform the adhesive strength tests with the new tiles and extrapolate for the old ones. This assumption permits testing of the old tiles behavior without applying partially destructive tests to historical objects. However, in a second phase, a verification must be performed on the old tiles.

Mortars open porosity

The open porosity of the mortar applications was measured in mortar pieces removed from the applications in contact with the tiles before the adhesion strength test.

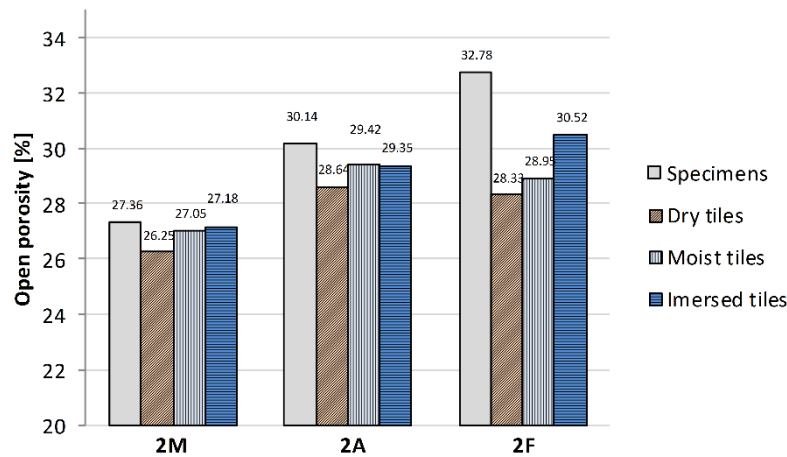


Figure 6 - Open porosity of 1:2 ratio mortars (specimens and mortars applied on tiles)

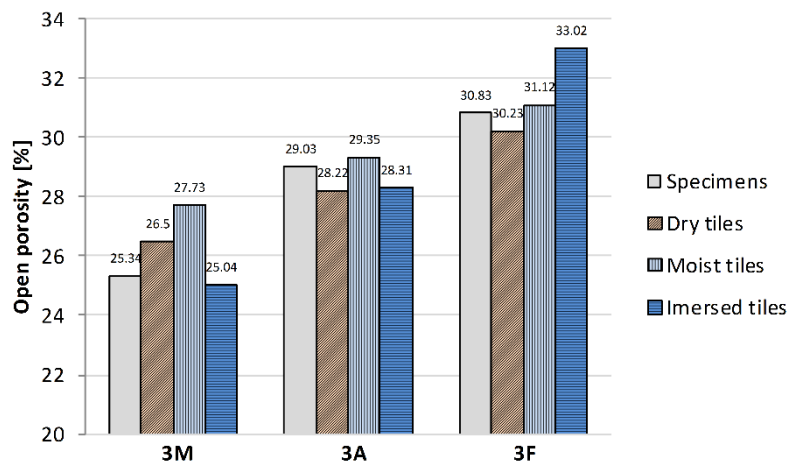


Figure 7 - Open porosity of 1:3 ratio mortars (specimens and mortars applied on tiles)

Figures 6 and 7 show that open porosity of mortar specimens (16x4x4 cm) increases when finer aggregates are used. The aggregates variation, in this case in grain size, introduces variations on mortars stability, structural performance, and durability. Aggregates grain size variations influence the quantity and size of mortar pores and that plays an important role on tile/mortar interaction and durability of the bond strength. (De Schutter and Poppe 2004; Stefanidou and Papayianni 2005). An increase in open porosity is also caused by an increase of binder in the mixture, due to the high porosity of air lime matrix (Arandigoyen et al. 2005). This explains that in general, open porosity is higher for 1:2 mortars compared to 1:3 mortars, clearly when specimens are concerned and with exceptions for applications. In fact, for applications of mortars with the finest sand on moist and immersed tiles there is an inversion of this trend, and the porosity increases for 1:3 mortars. However, the average difference in open porosity values of the different b/a ratios is 1.5%.

In all three application types the open porosity of the mortars increases with increase in the fineness of the aggregate used.

The mortars from applications show a trend to decrease of porosity for higher binder proportions. The explanation for this trend is that water coming out from the pores by the tiles' suction causes a reduction of the pore dimensions and consequently of the pore volume (porosity) (Groot 1993). For 1:3 mortars, there is a decrease for applications on dry specimens, where the suction is higher due to higher gradient of relative humidity, but for applications on moist and immersed specimens the opposite is verified and the porosity is higher than for specimens. This can be explained by the effect of water in the interface that prevents the contraction of the pores due to suction and also the contraction due to drying.

The application procedure of the mortar on the tile is very important. In this test the same pressure was applied on the tiles in order to reduce differences caused by this parameter. The modification of application conditions causes changes in tile/mortar bond strength (Zhao and Zhang 1996). This change causes a different interaction between components of the mortar and tile thus changing the porosity of the mortar precisely at the interface.

Tiles/mortars adhesive strength

The adhesive strength in mortar/tile interface increases with the use of finer aggregates in mortars applied on dried and immersed tiles, Figures 8 and 9. The trend is different in case of applications on immersed tiles with sand APAS 30. In these applications the adhesive strength had the lowest values.

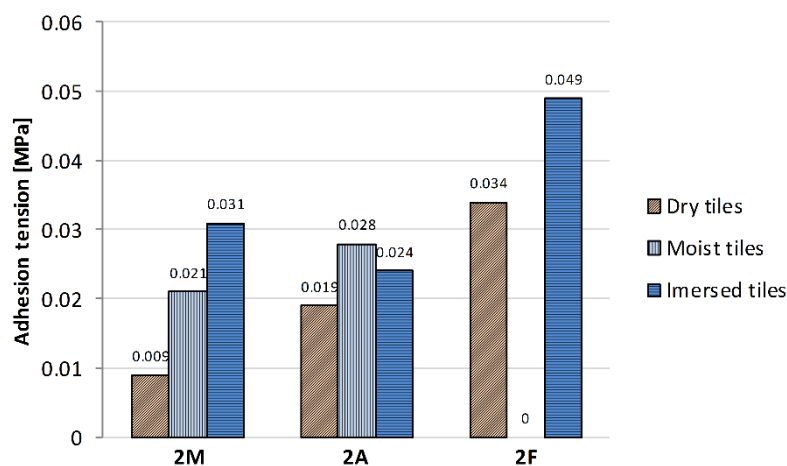


Figure 8 - Adhesive strength test values of 1:2 ratio mortars to tiles

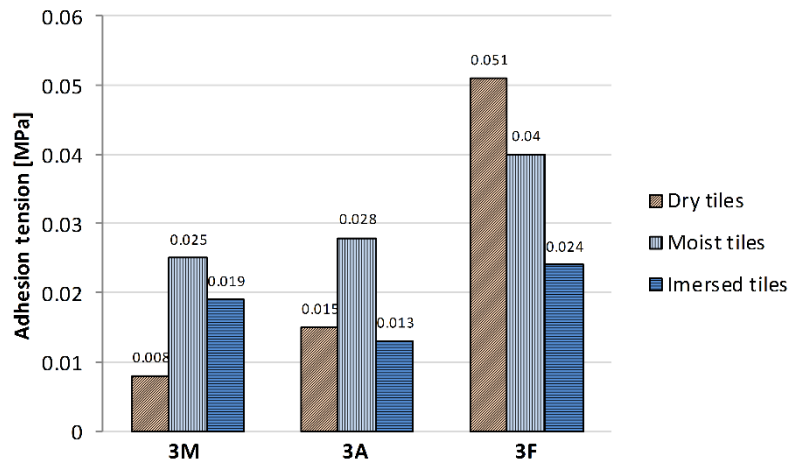


Figure 9 - Adhesive strength test values of 1:3 ratio mortars to tiles

Mortars applied in moist tiles have higher values of adhesive strength than mortars applied on dry tiles. It is confirmed that moisture in the ceramic part of tile improves the adhesive strength in tile/mortar interface. Mortar 3F is the exception. The mortars with the finer sand have a higher probability of presenting shrinkage cracks due to requiring a larger amount of mixing water in order to obtain a similar workability to other compositions. In this case, the applications on moist tiles show some micro-cracking. The application of mortar on immersed tiles shows cracking and marks of water bubbles on the interface, which was evidence of an excess of water trapped at the interface because the tile could not absorb it (figure 10). These facts combined with the lower amount of binder of the mortar are probably the reason for this trend. The mortar 2F applied onto moist tiles was not tested because the tiles detach from mortar during handling of the specimens.

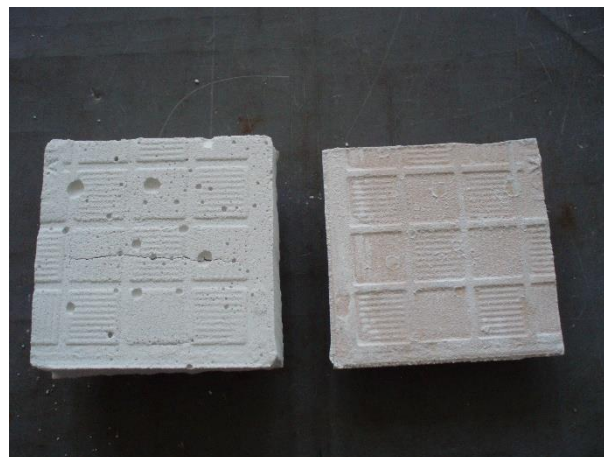


Figure 10 - Cracking and marks of water bubbles on the interface

Table 4 - Mortars fracture type

Mortars	Characteristics	Hidrical tiles condition		
		Dry	Moist	Immersed
2M	Adhesive strength	0.009	0.021	0.031
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile	Cohesive in the mortar
2A	Adhesive strength	0.019	0.028	0.024
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile with some traces of mortar in tile
2F	Adhesive strength	0.034	-	0.049
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile	Cohesive in the mortar
3M	Adhesive strength	0.008	0.025	0.019
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Cohesive in the mortar	Adhesive mortar/tile with some traces of mortar in tile
3A	Adhesive strength	0.015	0.028	0.013
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile with some traces of mortar in tile
3F	Adhesive strength	0.051	0.040	0.024
	Fracture type	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile	Adhesive mortar/tile

The analysis of most compositions shows that there is a specific moisture content in the interface which maximizes the tile/mortar adhesion for each mortar composition. Exceeding this value, the amount of available water in the interface is excessive and compromises the connection. In mortars applied on dry tiles, the water in tile/mortar interface is quickly absorbed, so conditions to establish strong connecting points between the two materials do not exist. If the mortar is applied on a moist tile, conditions are created for the calcium hydroxide to penetrate in the porosity of the tile and form the connection after binder carbonation. The amount of water at the interface has an influence on the conditions in which the reaction process occurs. If the tiles are dry, desiccation of mortar occurs at the interface and calcium hydroxide ceases to be dispersed in the water not being able to penetrate into the porous system of the tile and does not create a bond between the two materials.

In 2M application the amount of water that maximizes the adhesive strength value has not been exceeded. The adhesive strength test showed a cohesive rupture in mortar and this shows that the value 0.031 MPa is the tensile strength of the mortar. The mortars fracture types are shown in Table 4. The tile/mortar adhesion value is higher. In other applications, except 3F as explained before, the amount of water that maximizes the value of adhesion was achieved by quickly wetting the tiles,

because the values of tile/mortar adhesive strength of applications were lower when immersed tiles were used.

Open porosity/adhesion strength

The trend of tile/mortar adhesive strength values and open porosity variation is similar, except for mortar 3F. The tile/mortar adhesive strength increases with increasing open porosity of the mortar in the interface. The mortars with specimens having a higher open porosity also have a higher porosity of the applied mortar. The amount of moisture in tiles influences the porosity of mortar in tile/mortar interface which influence the adhesion between the two materials. The maximization of tile/mortar adhesion values depends directly of the conditions created by the amount of water at the interface, to form a strong bond, and the optimization of the interaction between open porosities of tile and mortar.

Conclusions

The old tiled facades with tiles of the beginning of industrialization are a very important testimony of Portuguese heritage. They reflect the social, economic and cultural characteristics of the society from the époque and its evolution. In many cases tiled facades with 19th century tiles are now in very bad condition. The degraded facades should be preserved with compatible materials regarding their durability and reversibility.

The porous structure of tiles is a very important characteristic in tile/mortar adhesive strength. The old tiles have higher absorption values than new tiles and replicas. The old tiles have a very concentrated distribution of pores. The pore size distribution range of new tiles and replicas is larger than the old tiles and the maximum concentration radius is also larger.

The study of mortar applications on tiles is an adequate instrument for the adhesion test in order to enable the calculation of the differences and evolution of open porosity of mortars.

The open porosity of the mortar specimens increases when finer aggregates are used. In all three application types the open porosity of the mortars increases with increase in the fineness of the aggregate used. The increase of moisture in tiles caused by the immersion of tiles in water for 1 second causes the increase of mortars' open porosity.

The adhesion in tile/mortar interface increases with the use of finer aggregates in mortars applied on dried and immersed tiles. Mortars applied in moist tiles have higher values of adhesive strength than mortars applied in dry tiles. Mortars with only very fine sands in their composition have higher probability of attained micro-cracking in the tile/mortar interface, probably due to higher shrinkage. A particular moisture content in the interface exists which maximizes the tile/mortar adhesion for each mortar composition. Exceeding this value, the amount of available water in interface is

excessive and prejudices the connection. However, the optimization of this moisture value was not achieved in the present study.

The tile/mortar adhesion increases with increasing open porosity of the mortar in the interface. The amount of moisture in the tile influences the porosity of mortar in tile/mortar interface which influences the adhesion between the two materials: until a certain value of moisture the adhesive strength increases, for higher values of moisture it decreases.

Acknowledgements

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the Project PTDC/ECM/101000/2008 – AZULEJAR – Conservation of glazed ceramic tile facades, Revígres factory by providing the majority of tiles used and Lusical by providing the air lime used.

References

- Arandigoyen, M., Pérez Bernal, J. L., Bello López, M. A., Alvarez, J. I. (2005). “Lime pastes with different kneading water: Pore structure and capillary porosity.” *Applied Surface Science* 252(5), 1449-1459.
- ASTM D4404-84 (2004). “Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.” American Society for Testing and Materials, USA.
- Botas, S., Veiga, R., Velosa, A. (2012). “Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface”. *Materials Science Forum*, 730-732, 403-408.
- Botas, S. M. S., Veiga, M. R. S., Velosa, A. L. (2014). “Reapplication mortars for old tiles: characteristics of tiles and mortars and selection criteria.” *International Journal of Architectural Heritage*, 8(1), 124-139.
- Callebaut, K., Elsen, J., Van Balen, K., Viaene, W. (2001). “Nineteenth century hydraulic restoration mortars in the Saint Michael’s Church (Leuven, Belgium) Natural hydraulic lime or cement?” *Cement and Concrete Research*, 31(3), 397-403.
- CEN (1998). “Methods of test for mortar for masonry.” Part 2: Bulk sampling of mortars and preparation of test mortars - EN 1015-2:1998/A1:2006, European Committee for Standardization, Brussels.
- CEN (1999a). “Methods of test for mortar for masonry.” Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table) - EN 1015-3:1999/A1:2004/A2:2006, European Committee for Standardization, Brussels.

CEN (1999b). “Natural stone test methods.” Determination of real density and apparent density, and of total and open porosity - EN 1936:1999, European Committee for Standardization, Brussels.

CEN (2002a). “Methods of test for mortar for masonry.” Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates - EN 1015-12:2000, European Committee for Standardization, Brussels.

CEN (2002b). “Methods of test for mortar for masonry.” Part 18: Determination of water absorption coefficient due to capillary action of hardened mortar - EN 1015-18:2002, European Committee for Standardization, Brussels.

CEN (2010). “Building Lime.” Part 1: Definitions, specifications and conformity criteria - EN 459 – 1:2010, European Committee for Standardization, Brussels.

Derluyn, H., Janssen, H., Carmeliet, J. (2011). “Influence of the nature of interfaces on the capillary transport in layered materials.” *Construction and Building Materials* 25(9), 3685-3693.

De Schutter, G., Poppe A. M. (2004). “Quantification of the water demand of sand in mortar.” *Construction and Building Materials* 18(7), 517-521.

Ferreira, I. (2008). “Revestimentos azulejares Oitocentistas de fachada, em Ovar. Contributos para uma Metodologia de Conservação e Restauro.” M.S. thesis, Evora University, Evora.

Fragata, A.; Veiga M. R. (2010). “Air lime mortars: the influence of calcareous aggregate and filler addition”. *Materials Science Forum*, 636-637, 1280-1285.

Groot, Casper (1993). “Effects of water on mortar-brick bond.” *Universiteitsdrukkerij TU Delft*, Delft, Netherlands.

Mosquera, M. J., Silva, B., Prieto, B., Ruiz-Herrera, E. (2006). “Addition of cement to lime- based mortars: Effect on pore structure and vapor transport.” *Cement and Concrete Research* 36(9), 1635-1642.

Reddy, B. V. V., Guptka, A. (2008). “Influence of sand grading on characteristics of mortars and soil-cement block masonry”. *Construction and Building Materials*, 22(8), 1614-1623.

RILEM TC 25-PEM (1980). “Essais recommandés pour mesurer l’alteration des pierres et évaluer l’efficacité des methods de traitement.” *Materials and Structures*, 13(75).

Santos T. P., Vaz M. F., Pinto M. L., Carvalho A. P. (2012). “Porosity characterization of old Portuguese ceramic tiles.” *Construction and Building Materials*, 8(1), 104-110.

Stefanidou, M., Papayianni, I. (2005). “The role of aggregates on the structure and properties of lime mortars”. *Cement and Concrete Research*, 27(9-10), 914-919.

Vaz, M.F., Pires J., Carvalho A.P. (2008). “Effect of impregnation treatment with Paraloid B-72 on the properties of old Portuguese ceramic tiles.” *Journal of Cultural Heritage*, 9(3), 269-276.

Veiga, M. R. (2010). “Conservation of historic renders and plasters; From laboratory to site.” *Proc., 2nd Historic Mortars Conference, RILEM, Prague, Czech Republic*, 1241-1256.

Zhao, Zhi Ye., Zhang, Wei Lin (1996). "Influence of workmanship on the bonding strength of tiles to external walls." *Int. J. Adhesion and adhesives*, 17(1), 47-53.

9. Air lime mortars for conservation of historic tiles: bond strength of new mortars to old tiles

Artigo publicado: Sandro Botas, Rosário Veiga, Ana Velosa. "Air lime mortars for conservation of historic tiles: bond strength of new mortars to old tiles ", Construction and Building Materials Volume 145, 1 August 2017, Pages 426-434.

Abstract

The present work studies the bond strength between new mortars and old tiles. The influence in tile/mortar bond strength of moisture content of tiles, mortars aggregates grain size distribution, binder/aggregate ratio, different tile ceramic parts, water absorption and porous characteristics of historic tiles and new mortars was evaluated. Tiles of 6 historic facades and an in-situ bond strength test in 3 facades were performed.

Tile/mortar bond strength values rise with an increased moisture content on tile. Most presented mortar compositions are suitable for reapplication of historic tiles as they present bond strength values ($\approx 0,04\text{MPa}$ to $0,10\text{MPa}$) similar to in-situ tests.

Highlights

- Historic 19th century tiles and tiled facades are studied;
- Lime mortars are compatible with historic materials and must be used in conservation works;
- Moisture in tile body improves bond strength with mortars;
- Aggregate grain size has a great influence on bond strength.

Keywords

Lime; Mortar; Ceramic tile; Bond strength; Laboratory characterization; In-situ tests; Interface; Moisture; Porosity.

1. Introduction

The massive use of tile coatings in Europe during the 19th century was due to their hygienic characteristics, great artistic potential and the emergence of industrial techniques that greatly influenced building materials and construction practice. At that time, in Portugal, tiles were used as the outer coating of buildings [1], creating a very specific effect on the urban environment. This

application on building facades, which had its starting point in Portugal [2], or, according to other authors, in Brazil [3, 4] increased with the development of industrialized production of tiles, which took place during this time period. This semi-industrial production allowed the economic access to this material for a greater number of people. The trend to coat the exterior facades of the buildings in Portugal began in the north of the country and is especially evident in the cities of Porto and Ovar. The use of the pattern tiles on the exterior facades was verified in Portugal, Spain, Brazil and in isolated cases in the Portuguese Colonies. At the time the trend did not spread to Europe.

The old tiled facades of that period, some more than 100 years old, are now in need of maintenance. The ageing of materials and external aggressive agents lead to loss of function of some constituent materials over time. Currently it is extremely relevant to define materials and techniques for tile reattachment. For this purpose, new mortars must be used either to ensure the reattachment of the old tiles with loss of adhesion or to bond new replacement tiles in areas which display lack of old tiles in the facades.

The mortars found in exterior tiled facades of the 19th century were common air lime and sand mortars [5]. The sand was extracted from neighboring areas and sometimes presents very coarse grains and, in some cases, small amounts of clay particles [6].

The reapplication of old ceramic tiles with new mortars must respect the principles of compatibility with existing materials, durability and reversibility [5]:

- Compatibility: The mortar must be compatible with existing materials so as not to contribute towards their degradation, to promote their protection and contribute to the durability of the whole facade [7, 8, 9]. Compatibility in this type of materials should be analyzed according to three main aspects: 1) Physical compatibility; 2) Mechanical compatibility; 3) Chemical compatibility. The physical compatibility, studied in this work, involves porous phenomena and water percolation behavior in the materials. Mechanical compatibility is guaranteed by the mechanical characteristics that the air lime mortars present [7]. Chemical compatibility is guaranteed by the nature of the new mortars which is the same as the mortars of the old facades [6];

- Durability: The new mortars must have durability so that it is not necessary to perform short term works, while reducing the risk of falling tiles. The requirement of durability reinforces the idea of using similar compositions to existing mortars. In fact, most tile bonding mortars are today in good function conditions despite their long life time (in some cases 200 years) [10];

- Reversibility: Any new mortar used in the conservation of ancient buildings must provide the reversibility of intervention for several reasons: the need of a new repair work, decontamination or

cleaning of tiles; verification of physical and/or chemical incompatibilities after application; possible need to repair the support of the building requiring the removal of some tiles.

The new mortars should be appropriate to the performed work and have the characteristics mentioned above to enable an adequate interaction with pre-existing materials and according to some studies that prove that mortars found on the old tile facades of this period were air lime mortars [10, 1]. For this purpose, air lime mortars fulfill these requirements. This kind of materials provided the tile/mortar bond for over 100 years. The increasing use of hydraulic binding mortars from the beginning of the 19th century led to a tendency of using those new materials, most of them using Portland cement as a binder, which has undoubtedly stronger mechanical properties [11, 12, 13, 14, 15, 16]. The use of mortars with cementitious binders is completely inadequate for this kind of works because they are chemically and mechanically incompatible with the original materials [11, 17, 8]. Therefore lime mortars should be used, but there is a need to assure a good bond between mortar and tile.

The adhesion mechanism of air lime mortars is mostly physical. The fine particles of the mortar, transported by water, penetrate into the tile porous structure and the connection is developed over time. The characteristics of the mortars depend on many factors such as curing conditions [18, 19, 20] and exterior aggressive factors. The case of the binding mortars and glazed tiles system is very particular because the mortar is protected from the atmosphere by the glazed tile. Mortar/tile bond strength depends on the workmanship quality during the application [21], presence of soluble salts on its composition and external conditions [22], but mainly it depends on the characteristics of mortars [23] and on the characteristics and conditions of the support.

The objective of this work is to evaluate the adhesive ability of air lime and sand mortar compositions similar to the original tile application mortars. This objective will be attained through the use of traditional old tiles from the original facades and the study of physical characteristics of old tiles and new mortars. For this purpose a tensile bond strength test with specimens of six facades was studied. Moisture content of tiles, aggregate type and binder/aggregate ratio of mortars were varied.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

2.1.1. Tiles

The studied tiles were taken from 6 different tiled facades of 19th century with some degradation problems (table 1) of Ovar city. The tiles are from JPV & filhos, JPV and AACosta – Devesas factories, located in the north part of Portugal, and Sacavém, located close to the capital city, Lisbon. Tiles are from late 19th century period and were mostly applied on exterior facades, except T2 tiles, which were taken from inside the building, a kitchen. All these tiles were tested without any treatment, only washed in water. Figures 1-6 show a sample of the tiles from each facade. Table 1 shows the conditions of old tiles, mortars and tile/mortar adhesion.

Table 1 - Conditions of old tiles, mortars and tile/mortar adhesion

Tiles	Factory	Conservation state of tiles	Mortar condition	Tile/mortar adhesion conditions
T1	JPV & Filhos	- Gaps in the glaze - Trace elements of biological colonization	- Not very compact	- Lack of adhesion in some tiles
T2	Unknown	- Glaze detachment - Cracks in glaze and ceramic part	- Specific zones with weak compaction	- Lack of adhesion in some tiles
T3	JPV	- Glaze detachment	- Good conditions	- Good adhesion
T4	AACosta-Devesas	- Glaze detachment - Cracks in ceramic part - Biological colonization	- Good condition, very compact	- Good adhesion conditions tile/mortar and mortar/support
T5	AACosta-Devesas	- Little cracks in the glaze - Darkening of the glaze	- Good condition, very compact	- Good adhesion conditions tile/mortar and mortar/support
T6	Sacavém	- Micro cracking in all glaze area - Little cracks in the glaze	- Not very compact	- Weak adhesion conditions - Many tiles with no contact between mortar and ceramic part

Tiles T1-T5 have the common ceramic part found in majority of tiles applied in exterior facades; They are called by "calcic tiles". The ceramic part of these tiles is constituted by kaolinite clays, quartz, talk (or dolomite) and calcite. This tiles had a firing temperature between 1100°C and 1150°C. Ceramic part of T6 tile, called "white paste", is only constituted by quartz and kaolin. This tiles had a firing temperature between 1150°C and 1360°C. All glazes are lead glazes. T1 and T3-T5 have a double glaze layers, one very white layer (engobe) just after the ceramic body and after that a transparent glaze. T2 have one single opaque glaze and T6 have a single transparent glaze [24].

The glaze is the part of the tile exposed to weather and outdoor aggressive agents. The glaze of the old tiles is often deteriorated due to long-term exposure, mostly, presenting some gaps. Only the glaze of T6 tile has micro cracking in all its extension. The majority of mortars are compact and in good condition, but T1, T2 and T6 systems present mortars with some cohesion problems. The weak adhesion conditions of mortars with cohesion problems are also evident. These are due to the age of the mortars and their natural loss of function and some cracks outside the facades (top of building and window frame stone) that provided the entrance of water to the system and accelerate of the degradation.



Figure 1 - Tile from facade T1



Figure 2 - Tile from facade T2



Figure 3 - Tile from facade T3



Figure 4 - Tile from facade T4



Figure 5 - Tile from facade T5



Figure 6 - Tile from facade T6

2.1.2. Mortars

The mortar mixtures were prepared with a Portuguese hydrated air lime (Lusical H100), classified as CL 90-S according to EN 459-1:2010 [24]. Two siliceous sands with different grain sizes distributions were used:

- 1) Mix sand: mixture of three siliceous sands with different grain sizes, including a fine sand, a medium sand and a coarse sand in 0,66:1:1 volumetric ratio, respectively. The Mix sand aims to simulate the characteristics of common sands used in Lisbon region;
- 2) River sand: washed river sand from Tejo River (Lena Agregados).

The particle size distribution curves of the sands are shown in Figure 7.

Mortar mixes with 1:2 and 1:3 binder/aggregate (b/a) volumetric ratio were developed. The amount of water used was calculated so as to obtain an adequate consistency in mortars for this type of work, which corresponds to a value surrounding 160mm in the flow table [25]. The loose bulk density of granular constituents, according EN1097-3:1998 [26] is : Air lime mortar – 0,363 g/cm³; Mix sand: 1,463 g/cm³; Tejo River sand – 1,466 g/cm³.

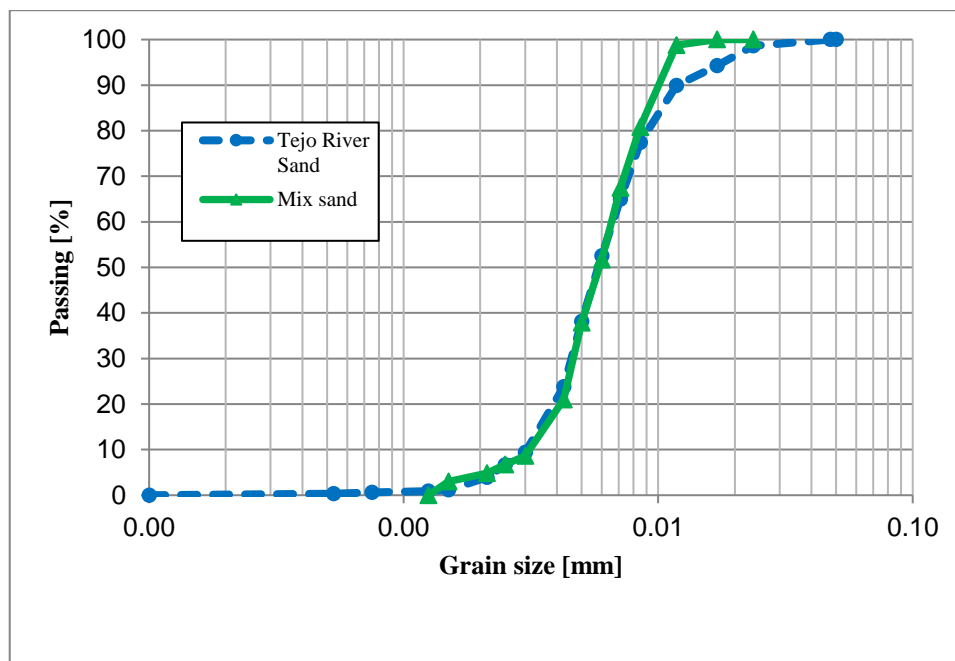


Figure 7 - Particle size distribution of sands

The mortars mixing process was carried out according to standard 1015-2: 1998 / A1: 2006 [27] with some changes taking into account specific characteristics of air lime mortars. The dried materials were homogenized in a tray and placed in the bowl of the mixer. Water was placed in the first 20 seconds after turning on the mixer at slow speed. After 150 seconds the mixer was stopped to remove

the mortar in the bowl edge, some homogenization was performed and the mixer was reconnected for another 30 seconds.

The old mortars are characterized by a constitution based on lime and aggregates. 90% of analyzed aggregates have diameters less than 2 mm and no particles greater than 8 mm were found. X-ray diffraction (XRD) analysis revealed the presence of binder - calcite - and aggregates - quartz, micas, feldspar and kaolinite. This identification allows restricting the nature of the aggregates to granite rocks in the form of kaolin, clay sand or quartz [29, 30].

2.2. Testing programme

The study involves a physical and water percolation behavioral characterization of old tiles and new mortars. The test programme comprised, in a first phase, the characterization of the system tile / mortar components, namely the study of capillary water absorption and open porosity of old tiles and of new mortars specimens.

In a second phase the bond strength of the new mortars to the tiles was determined, and compared to the bond strength measured on site of old existent tiles attached to building facades with the original mortars. The adhesion characteristic is very important not only for each tile piece, but for the facade as a whole.

New mortar test specimens, made in accordance with [30], were cured for 28 and 90 days in controlled conditions of 20 ° C and 65% RH. Tests were performed with three samples of each mortar composition for each curing time.

2.2.1. Mortars

The capillary water absorption test of mortars was carried out in accordance with EN 1015-18: 2002 [28] and a graphic was plotted with the values of the water absorbed mass by the specimens until saturation (difference between two weighings less than 1%). The calculation of the asymptotic value of absorption and capillarity coefficient was performed.

The open porosity of mortars was calculated by hydrostatic weighing after vacuum test [29, 30]. This method combines the weights of the saturated, immersed and dried sample and their values are expressed as a percentage of the pore volume.

2.2.2. Tiles

The capillary test with the old tiles was carried out according to the same indications for the mortars, but with some different procedures due to the geometry of the samples. The tiles were placed with the ceramic face down and 1mm in contact with the water.

The open porosity of tiles was calculated in the same way that in mortars.

To determine the bond strength of the new lime mortars to the old tiles a laboratory tensile bond test was performed with an arrangement which overcomes the difficulties of the traditional pull-off test [31], which shows little efficacy when applied on weak mortars, as is the case of air lime mortars [20]. Therefore, each mortar was applied with a thickness of 20 ± 2 mm between two tile slabs (50x50 mm). The procedure was to apply the mortar on a tile slab and then press the other slab against the mortar with one hand and a rubber mallet (similar to that used currently in this kind of work) using a constant pressure. After curing, two metal plates were glued on each one of the glazed part of the tile slabs, which subsequently were connected to universal tensile machine (TSI-HM-S with a 2KN load cell). The test consisted on the application of a constant tension of 5 N/s on the plates until the rupture of the system. The rupture is classified adhesive when it is located in the tile/mortar interface and cohesive when located in the core of the mortar. This test was performed with tiles subjected to two different hygrometric states before application: immersed (I) and saturated (S). This was performed in order to reproduce the construction techniques used in the 19th and 20th century for the execution of glazed ceramic facades. In that period, tile applications were done after the tiles were in buckets of water from one day to the next, thus, they absorb the water and expand so that they could be applied without joints [6]. Immersed (I) tiles were immersed in water for one second and saturated (S) tiles were immersed in water for 24 hours. Figure 8 shows a test specimen in a universal tensile machine prepared for testing.

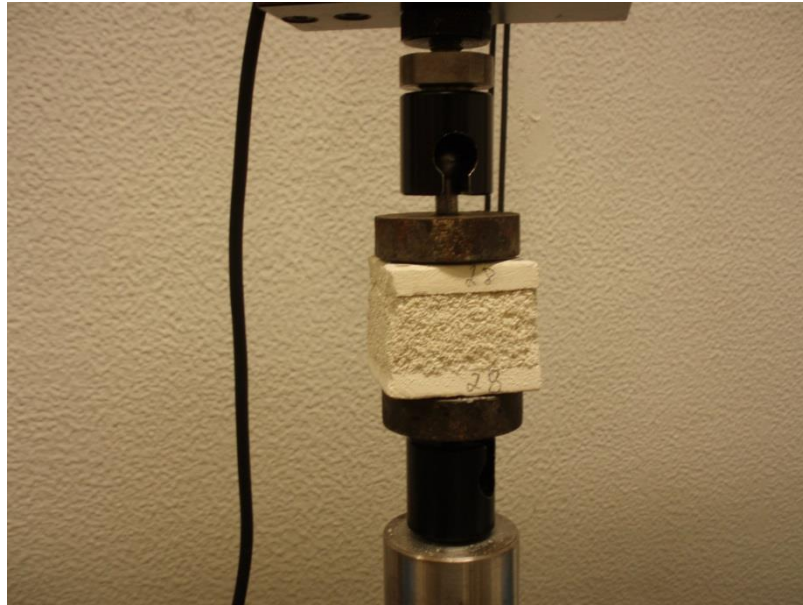


Figure 8 - Adhesion test specimen

For comparison results, an *in situ* adhesion strength test was also performed on original old facades. A metal plate was glued to the glazed surface of the tile and the pull-off equipment was attached to the plate. The metal plate had the same area as the tiles under test. The test was performed vertically and the procedure was similar to the adhesion test performed according to the European standard EN 1012-12: 2000 [31]. The figures 9 and 10 show the execution of the test on a facade.



Figure 9 - Metallic plate glued into
tile



Figure 10 - Adhesion strength test in old facade

3. Results and discussion

3.1. Tiles

The results of tiles characteristics are presented in table 2.

Table 2 – Water absorption and open porosity of tiles

Tiles	Open porosity (%)	Capillary water absorption	
		Capillarity coefficient (Kg/m ² .min ^{0,5})	Asymptotic value of capillary absorption (Kg/m ²)
T1	28,81	0,25	2,53
T2	36,82	1,13	2,84
T3	31,72	0,95	2,28
T4	32,77	0,76	2,11
T5	34,55	0,89	1,18
T6	34,99	1,22	3,01

Semi-industrial tiles under test are very porous materials due to raw materials and production techniques. For the water absorption tests, the tiles were washed and brushed before in order to

remove the maximum amount of adhered mortar, therefore reducing the influence of this factor in the final results. When this was not fully possible, results may differ and the open porosity values of the original specimens are possibly slightly higher. Despite this fact, it is important to mention that this is how the old tiles will be reattached to the facades and therefore the existence of small portions of old mortar inside the tiles pores depicts properties related to current reapplication conditions.

The studied samples, the results of which are shown in table 2, are from different factories and thus have different compositions and production methodologies; nevertheless, the open porosity values are not widely disperse, ranging from 28% to 35%.

The low water capillarity coefficients show that tiles, although very porous, are constituted by small sized pores compared to other building materials, particularly mortars, as discussed below. The T6 specimen presents different porous and absorption characteristics from the other tiles. This tile, called "pasta branca" (white paste) is not a traditional ceramic element (calcic paste) as the raw material called "pó de pedra" (stone dust) is ultra-thin quartz and had no calcite and magnesite [32]. According to Cultrone et al. [33], the materials with these constituents present larger pores than the current tiles with calcite. This trend is validated by the results; this tile has the highest value of capillarity coefficient of water absorption, so it has pores with higher diameter [37, 38, 39].

3.2. Mortars

The results of new mortars characteristics are presented in table 3.

Table 3 - Water absorption and open porosity of mortars

Mortars	Aggregate	b/a ratio	Curing time (days)	Open porosity (%)	Capillary water absorption	
					Capillarity coefficient (Kg/m ² .min ^{0.5})	Asymptotic value of capillary absorption (Kg/m ²)
1:2M	Mix	1:2	28	22,73	2,088	27,21
			90	27,36	2,413	27,88
1:2R	River	1:2	28	28,20	4,302	40,25
			90	28,20	3,744	39,80
1:3M	Mix	1:3	28	21,29	2,915	25,28
			90	25,34	3,308	25,14
1:3R	River	1:3	28	26,38	2,652	33,27
			90	25,97	2,776	33,40

The capillary characteristics of mortars are extremely relevant to the adhesion process due to the interchange of components between the materials. The characteristics of those interchanges depend on porosity and capillary characteristics of the materials involved [34]. The size, number of pores and their connections are the fundamental physical factors of the materials that govern the components interactions between them.

The open porosity of the 1:2 b/a ratio mortars is always higher than that of the 1:3 b/a ratio mortars. 1:2 b/a ratio mortars have finer components because of the higher quantity of binder and this requires a greater amount of water in the mixture, leading to the formation of a greater quantity of pores during the hardening process. The asymptotic values show the same trend of open porosity. The capillarity coefficients of different b/a ratios present different trends, depending on the sand mixes. The capillarity water absorption coefficient of mortars is always higher than of tiles, indicating that mortars have a greater quantity of big pores than tiles [35].

The porosity values increase slightly with curing time, as the hardening of mortars implies a water loss over time and that space is filled with air [36]. The values of asymptotic absorption do not show great variations between 28 and 90 days of curing because despite the mortar losing water, the free space in open porosity pores is slowly occupied by the calcite crystals, formed in the carbonation process, that have higher volume than portlandite crystals [36]. Initially, the calcite crystals are formed in the external surface of the mortar and therefore the carbon dioxide has more difficulty to penetrate in the interior parts of mortar, making the carbonation a long process [8].

Regarding the differences caused by the type of aggregate, mortars with river sand have higher values of open porosity and asymptotic values in relation to the mix sand mortars.

The tile/mortar adhesion strength test was made in applications with 90 days of curing time. In fact lime-based mortars, unlike cementitious mortars, have a dilated hardening process, so the usual 28 days of curing time used for cement materials is a very precocious date to test air lime mortars. 1:2 b/a mortars were chosen for adhesion tests because it is the closest composition to the original mortars found on old facades [1, 37].

3.3. Tile/mortar bond strength

The results of the tiles / mortars bond tests are shown in Figures 11 and 12 and the results of the *in situ* pull-off tests of old tiles from facades are presented in Table 5.

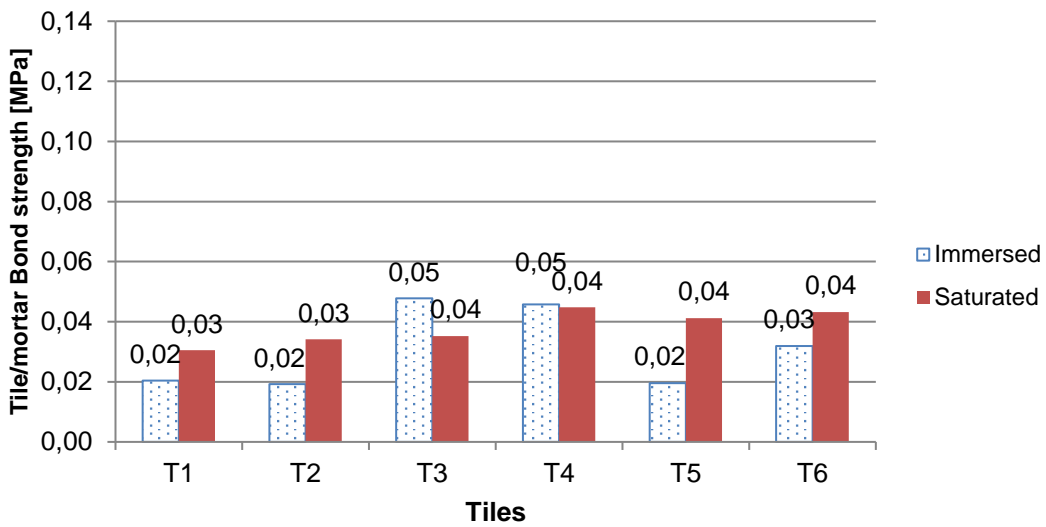


Figure 11 - Tile/mix sand mortars bond strength

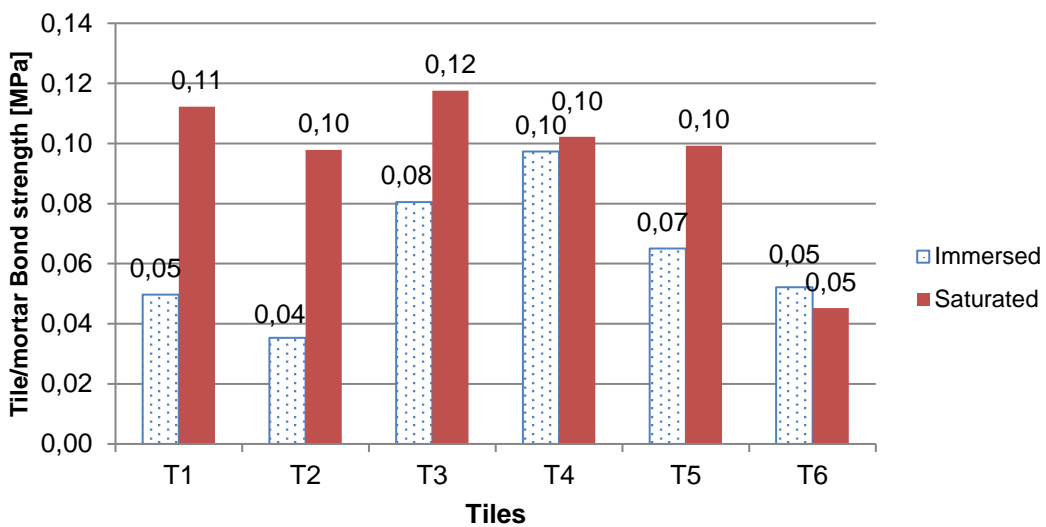


Figure 12 - Tile/river sand mortars bond strength

The applications with river sand reached higher values in tile/mortar bond strength than mortars with mix sand. The particle size distribution of sand and the pore size of mortars are the major factors in this trend. The river sand has a more continuous and extended particle size distribution. Despite the apparent similarity of particle size distributions seen in figure 7, the extremes of particle size distribution curves are different. From the Figure 7 it may be inferred that river sand has better

distribution of the coarse grains. At the bottom of the graph it can be seen that this sand contains a small quantity of fines below $0,10\mu\text{m}$, unlike the mix sand, that doesn't have fines smaller than $0,10\mu\text{m}$. This difference in grain size distribution leads to differences in mortar porosity. As can be seen in Table 3, the mortar with river sand has a higher open porosity and asymptotic value, meaning that this mortar contains a greater amount of air in its interior [35]. Table 3 shows that the capillary coefficient in river sand mortars is higher, which means that these mortars have higher mean pore sizes [35, 38]. These two factors result in a slightly faster absorption and a greater quantity of water and fine particles of binder transported into the tile pores, providing a better connection in the interface.

The amount of water in the ceramic body of the tile has a great influence on the connection and in tile/mortar bond strength values. In the 19th century the tiles were immersed in water before application on the facades in order to expand; as their application was made without joints and could cause subsequent tensions between the elements [37]. With this kind of application, these tensions were reduced. Figures 11 and 12 show that the introduction of moisture in the ceramic body of the tiles also improves tile/mortar connection. With the exceptions of T3 and T4 tiles, applied with mix sand and T6 applied with river sand, all other applications obtained higher bond strength values with saturated tiles. The first 5 samples applied with river sand on saturated tiles present adhesion tension values higher than $0,1\text{MPa}$, which are acceptable value for adhesion strength of new reapplication mortars [39].

The amount of water present in the ceramic part of tile, like said above, decreases pore sizes. Smaller pores mean that there is less availability to absorb the water and the fine materials of mortar which cause a slower absorption. The reduction of the absorption rate avoids the quick desiccation of the mortar and results in greater continuity in the interconnection of materials and in a better distribution of water and fine particles in the interface.

The lowest bond strength value with river sand mortar applied on saturated tiles was registered for the T6 tile. This tile, as was earlier explained, has a different porous constitution from the others. This fact seems to have influenced the tile/mortar bond strength. This trend was also seen on *in situ* works. The "white paste" tiles present higher total open porosity and capillary coefficient values compared to the other samples but the adhesion strength doesn't have a direct relation with this aspects. This indicates that probably it is the tile constituent material and the properties that it confers to the tile that most affect the tile/mortar bond strength in this case. When there are works with this type of tile, the managers of the construction tend to choose a mortar with better adhesive characteristics in order to facilitate the progress of the work and reduce the time consumed in application. This kind of tile is an extra challenge to the development of compatible mortars to

reattachment. In such case a natural hydraulic lime can probably be used, that despite the hydraulic components is more compatible than cement.

Table 4 - Bond strength values of tiles *in situ*

		Facade 1	Facade 2	Facade 3
Type of building		Habitational	Habitational	Habitational adapted to services
Substrate		Stone masonry with air lime mortar	Stone masonry with air lime mortar	Stone masonry with air lime mortar
Mortar		Air lime mortar	Air lime mortar	Air lime mortar
Tiles	Area [mm]	200x200	140x140	140x140
	Thickness [mm]	9	8	8
Bond strength [MPa]		0,017	0,034	0,050
Rupture		Cohesive in mortar	Cohesive in mortar	Cohesive in mortar with a little area adhesive tile/mortar

Table 4 shows the average bond strength values of the tiles in the original old facades. Facade 1 was tested after long periods of rain, implying the presence of very wet mortar that possibly contributed to the low values achieved. Facade 2 also has low adhesion values. In this case the failure was cohesive by the mortar and the conclusion is that the tile/mortar bond strength is higher than 0,034MPa. Facade 3 shows the value of 0.05 MPa. The test which produced the highest value of adhesive strength - 0.07 MPa - the rupture remained cohesive through the mortar with some small areas where the rupture was at the tile/mortar interface. This indicates that in the case of this application, and possibly the majority of them, tile/mortar bond strength values are higher than 0,07MPa. The bond strength values provided by the air lime mortars and old tiles studied are very low in comparison with the normative values for this kind of works with contemporary materials [40], which are not physically and mechanically compatible with the originals [20, 41]. However, they are higher than the values obtained in old facades. The objective of this work is not to obtain high tile/mortar bond strength values, but suitable values for this type of conservation work using compatible materials. The old tiled facades, with this type of materials, have over 100 years of history and many of them are still in good condition.

4. Conclusions

The old patterned tiled facades of the 19th century, belonging to the time correspondent to the beginning of mass production are a living testimony of the techniques and materials used at the time. These tiles have many structural differences between them, depending on the production unit, materials employed and variations of the production method itself in the same factory.

The mortars used in reattachment of the old tiles must follow compatibility, durability and reversibility criteria. Air lime binders are the products that respect these criteria. Therefore, air lime mortars should be used in these works.

The old tiles are very porous materials and the ceramic body contains a large percentage of small pores. There are noticeable differences between the ceramic body of tiles with different raw materials. “White paste” tiles present a capillarity coefficient, asymptotic absorption and open porosity values higher than the average displayed by tiles constituted by calcite; however “white paste” tiles provide lower bond strength values in relation to calcite tiles.

Applications with river sand obtained higher tile/mortar bond strength values, indicating that a current river sand with similar characteristics to those used in these tests can be used for the reattachment of old ceramic tiles.

The moisture increase in the tile body pre-application increased the tile/mortar bond strength values. The presence of water in the porosity of the tiles introduces differences in the amount and size of pores available to receive the mortar materials, causing a better penetration and a stronger bond in the interface.

Most presented mortar compositions are suitable for the reapplication of ancient ceramic tiles as they present tile/mortar bond strength values ($\approx 0,04\text{MPa}$ to $0,10\text{MPa}$) in the same range and generally higher than those found in *in situ* tests performed in real facades. However, the bond strength values in real facades were affected by moist conditions, type of failure (some with cohesive rupture in the mortar) and naturally by the age of the materials.

5. Acknowledgments

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles", PRESERVE project – National Laboratory for Civil Engineering, ACRA (Ovar), Lusical and Lena Agregados.

References

- [1] L. M. Ferreira, *El azulejo de la arquitectura de Oporto [1850-1920]. Caracterización e intervención.*, País Basco: Facultad de Bellas Artes - Universidad del País Basco, 2009.
- [2] F. Queirós and A. M. Portela, *Conservação Urbana e Territorial Integrada. Reflexões sobre salvaguarda, reabilitação e gestão de centros históricos em Portugal*, Lisboa: Livros Horizonte, 2008.
- [3] J. M. d. S. Simões, *Estudos de Azulejaria*, Lisboa: Imprensa Nacional - Casa da Moeda, 2001.
- [4] J. Meco, *O Azulejo em Portugal*, Lisboa: Edições Alfa, 1989.
- [5] S. Botas, M. Veiga and A. Velosa, "Adhesion of Air Lime-Based Mortars to Old Tiles: Moisture and Open Porosity Influence in Tile/Mortar Interfaces," *Journal of Materials in Civil Engineering*, pp. 040141611-8, 2014.
- [6] M. I. M. Ferreira, *Revestimentos azulejares oitocentistas de fachada, em Ovar. Contributos para uma metodologia de conservação e restauro*, Évora: Dissertação de Mestrado - Universidade de Évora, 2008.
- [7] M. d. R. Veiga, "Argamassa de Cal na conservação de edifícios antigos," in *Sessão de Conferências sobre reabilitação de edifícios da Ordem dos Engenheiros*, Lisboa, 2005.
- [8] R. M. Lawrence, T. J. Mays, S. P. Rigby, P. Walker and D. D'ayala, "Effects of carbonation on the pore structure of non-hydraulic lime mortars," *Applied Surface Science*, vol. 252, pp. 1449-1459, 2007.
- [9] M. d. R. Veiga, "As argamassas na conservação," in *1as Jornadas de Engenharia Civil da Universidade de Aveiro*, Aveiro, 2003.
- [10] I. Ferreira and M. d. R. Veiga, "Glazed tile facades of Ovar: protective measures developed by the "Atelier of conservation and restoration of glazed tiles" of Ovar city Hall," in *Conservation of Glazed Ceramic Tiles. Research and Practice*, Lisboa, 2009.
- [11] K. Callebaut, E. J., K. Balen and W. Van Viaene, "Nineteenth century hydraulic restoration mortars in the Saint Michael's Church (Leuven, Belgium) Natural hydraulic lime or cement?," *Cement and Concrete Research*, pp. 31:397-403, 2001.

- [12] S. Matrínez-Ramírez, F. Puertas and M. T. Blanco Varela, "Carbonation process and properties of a new lime mortar with added sepiolite," *Cement and Concrete Research*, pp. 25:39-50, 1995.
- [13] A. El-Turki, R. J. Ball, M. A. Certer, M. A. Wilson, C. Ince and A. G. C., "Effect of dewatering on the strength of lime and cement mortars," *Journal of the American Ceramic Society*, pp. 2081:2074-81, 2010.
- [14] P. Maravelaki-Kalaitzaki, A. Bakolas, I. Karatasios and V. Kilikoglou, "Hydraulic lime mortars for the restoration of historic masonry in Crete," *Cement and Concrete Research*, pp. 35(8):1577-86, 2005.
- [15] C. Sabbioni, G. Zappia, C. Riontino, J. Aguilera, F. Puertas, K. Van Balen and e. al., "Atmospheric deterioration of ancient and modern hydraulic mortar," *Atmospheric Environment*, pp. 35:539-48, 2001.
- [16] J. Grilo, A. Santos Silva, P. Faria, A. Gameiro, R. Veiga and A. Velosa, "Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions," *Construction and Building Materials*, pp. 51:287-294, 2014.
- [17] M. d. R. Veiga, A. Fragata, A. L. Velosa, A. C. Magalhães and G. Margalha, "Lime-Based Mortars: Viability for Use as Substitution Renders in Historical Buildings," *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 4, pp. 177-195, 2010.
- [18] P. Cachim and A. Velosa, "Effect of Portuguese metakaolin on hydraulic lime concrete using different curing conditions," *Construction and Building Materials*, pp. 24(1):71-8, 2010.
- [19] E. Vejmelková, M. Keppert, Z. Kersner, P. Rovnaníková and R. Cerný, "Mechanical fracture-mechanical hydric thermal and durability properties of lime-metakaolin plasters for renovation of historical buildings," *Construction and Building Materials*, pp. 31:22-8, 2012.
- [20] M. R. Veiga, A. Velosa and A. C. Magalhães, "Experimental applications of mortars with pozzolanic additions. Characterization and performance evaluation," *Construction and Building Materials*, pp. 23(1):318-27, 2009.
- [21] Z. Y. Zhao and W. L. Zhang, "Influence of Workmanship on the Bonding Strength of Tiles to External Walls," *International Journal of Adhesives and Adhesion*, pp. 47-53, 1997.
- [22] A. N. Carvalho JR, P. R. G. Brandão and J. M. C. Freitas, "Relação Entre a Resistência de Aderência de Revestimento de Argamassa e o Perfil de Penetração de Pasta de Aglomerante nos

Poros do Bloco Cerâmico," in I International Symposium on Mortars Technology, Florianópolis, 2005.

[23] B. V. V. Reddy and A. Gupta, "Influence of sand grading on the characteristics of mortars and soil-cement block masonry," *Construction and Building Materials*, pp. 1614-1623, 2008.

[24] CEN, "EN 459-1:2010. Building lime. Part 1 - Definitions, specifications and conformity criteria," Brussels, 2010.

[25] CEN, "Methods of test for mortar for masonry. Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table)," EN 1015-3:1999/A1:2004/A2:2006, Brussels, 1999.

[26] CEN, "Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 3: Determination of loose bulk density and voids," EN 1097-3:1998, Brussels, 1998.

[27] CEN, "Methods of test for mortar for masonry - Part 2: Bulk Sampling of mortars and preparation of test mortars," EN 1015-2:1998/A1:2006, Brussels, 2006.

[28] CEN, "Methods of test for mortar for masonry. Part 18: Determination of water absorption coefficient due to capillarity action of hardened mortar," EN 1015-18:2002, 2002.

[29] RILEM Commission 25 PEM, "Essais recommandés pour mesurer l'altération des pierres et évaluer l'efficacité des méthodes de traitement," *Matériaux et Constructions*, 1980.

[30] CEN, "Natural Stone test methods. Determination of real density and apparent density, and of total and open porosity," EN 1936:2006, 2006.

[31] CEN, "Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates," in EN 1015-12:2000, 2012.

[32] M. Costa, P. Cachim, J. Coroado and A. L. Velosa, "Technical replicas of Portuguese ceramic tile bodies produced in the Oporto region in the late nineteenth to early twentieth centuries," *Studies in Conservation*, vol. 61, no. 2, pp. 63-73, 2016.

[33] G. Cultrone, E. Sebastián, K. Elert, M. J. d. I. Torre, O. Cazalla and C. Rodrigues-Navarro, "Influence of mineralogy and firing temperature on the porosity of bricks," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 24, pp. 547-564, 2004.

[34] M. Lawrence, P. Walker and Z. Zhou, "Influence of Interfacial Material Pore Structure on the Strength of the Brick/Lime Mortar Bond," in 2nd Historic Mortars Conference HMC2010, Prague, 2010.

- [35] V. N. d. P. M. Rato, *Influência da Microestrutura Morfológica no Comportamento de Argamassas*, Lisboa, Tese de Doutoramento: Faculdade de Ciências e Tecnologia - Universidade Nova de Lisboa, 2006.
- [36] J. Lanas and J. I. Alvarez, "Masonry repair lime-based-mortars: Factors affecting the mechanical behaviour," *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 1867-1876, 2003.
- [37] M. I. M. Ferreira, *Azulejos tradicionais de fachada, em Ovar. Contributos para uma metodologia de conservação e restauro*, Ovar: Câmara Municipal de Ovar/ACRA - Atelier de Conservação e restauro do azulejo, 2009.
- [38] S. Botas, "Avaliação do Comportamento de Argamassas em Climas Frios," in *Dissertação de Mestrado*, Lisboa, Faculdade de Ciência e Tecnologia - Universidade Nova de Lisboa, 2009.
- [39] M. d. R. Veiga and F. Carvalho, "Argamassas de reboco para edifícios antigos. Requisitos e características a respeitar," in *Caderno de edifícios nº2*, Lisboa, LNEC, 2002.
- [40] CEN, "Colas para ladrilhos. Requisitos, avaliação de conformidade, classificação e designação," in *NP EN 12004:2007+A1:2012*, 2012a.
- [41] S. Botas, V. Rato and P. Faria, "Testing the Freeze/Thaw Cycles in Lime Mortars", *HMC2010 - 2nd Historical Mortars Conference*, Prague, 2010.

10. Bond strength in mortar/ceramic tile interface - testing procedure and adequacy evaluation

Artigo publicado: Botas, S., Veiga, R. & Velosa. "Bond strength in mortar/ceramic tile interface - testing procedure and adequacy evaluation". *Materials and Structures* (2017) 50: 211. <https://doi.org/10.1617/s11527-017-1086-7>.

Abstract

Old mortars have specific characteristics that vary with location, type of building, type of use and time of application. When mortars or systems containing mortars lose function, it becomes necessary to develop new compatible compositions. Bond strength tests for rehabilitation or conservation mortars, based mostly on EN 1015-12: 2000 (CEN 2000), are not suitable for materials with low mechanical and bond strengths due to lack of readability and accuracy.

A new test was developed on the universal testing machine to test bond strength of mortars to ceramic tiles. The new test, unlike other tests, including those performed with existing standards, proved to be very accurate and suitable for testing this type of mortars. All specimens could be tested and a low coefficient of variation was obtained. Hydrated lime mortars show applicability and reversibility in their use for application of old ceramic tiles in facades.

Keywords: Bond strength; mortar; hydrated lime; non-standard test; heritage conservation; tile; compatibility; reversibility.

1. Introduction

Mortars play an important role in buildings, usually as renders or joint mortar, but also as connecting elements between materials such as wall substrates and tiles. In this field, bond strength is a preponderant characteristic for the adequate durability and performance of the connection provided by mortars. This connection meets demands if it can provide an adequate bond strength, which is distinct for different wall claddings.

The connection between mortars and masonry elements is due to two mechanisms, chemical and physical. The chemical mechanism is based on the covalent or Van der Waals forces that constitute the adhesion between the masonry and cement hydration products (in cement mortars) of the mortar,

and the mechanical one is created by the mechanical connection of the hydration and carbonation products (in cementitious and/or hydrated lime mortars) transferred to the masonry porosity surface. The contribution of the mechanical component to the bond strength of mortars without adhesive additives is much higher than the chemical component, and in most studies with these materials, the chemical part is neglected (Kampf 1963).

1.1. Lime-based bonding mortars

Hydrated lime mortars have distinct physical and behavioural characteristics from cement-based or other hydraulic binder mortars and provide the following advantages in conservation, repair and rehabilitation of old buildings: 1) compatibility - mortars have the same characteristics and performance as old buildings mortars (Ferreira and Veiga, Glazed tile facades of Ovar: protective measures developed by the "Atelier of conservation and restoration of glazed tiles" of Ovar city Hall 2009), which promotes their protection and contributes towards the durability of the building (Lawrence, et al. 2007, Veiga, et al. 2010); ensuring physical, mechanical and chemical compatibility; 2) durability - similar characteristics and performance of new and old mortars prevent short-term interventions. The durability premise reinforces the idea of using similar compositions to existing mortars. Indeed, there are many cases in which original mortars are in good condition despite their long lifetime (in some cases 200 years) (Ferreira and Veiga 2009); 3) reversibility - these mortars provide reversibility of the interventions, that may be necessary for several reasons: repair, decontamination or cleaning of adjacent materials such as glazed tiles; verification of physical and/or chemical incompatibility after application; need to repair the substrate requiring the removal of some adjacent materials. All these three premises lead to the indication of suitability of these mortars for these interventions. If these assumptions are guaranteed, the materials and applied techniques respect conservation chartered principles (Athens charter 1931, Venice charter 1964).

Carbonation is the hardening process of hydrated lime mortars and this slow reaction can last several years. Mechanical strength increases with curing time, however the moment when the mortar reaches the peak of mechanical strength, as well as its carbonation degree, is unknown (Lanas and Alvarez 2003). Mortar/substrate bond strength follows this trend since it is the mortar's hardening process that provides the bond between the materials.

Most of the works carried out with the objective of studying the microstructure of mortar/substrate interface were based on cement mortars (Carasek 1996, Carvalho JR, Brandão and Freitas 2005, Romero 2010, Sugo, Page and Lawrence 2000). In hydrated lime mortars, the bond with the substrate is exclusively created by the penetration of the calcium hydroxide crystals that carbonate, becoming calcium carbonate in the interfacial porosity of the substrate. No micro-structural analysis studies of the interface between hydrated lime mortars and substrates were found in the literature. The

explanations for this seem to be: 1) search for mortars for contemporary works leads to a more focused study on the interfaces between substrates and mortars with resins and high bonding adhesives; 2) the idea that without some hydraulic component in the mortar mixture, the connection will not present sufficient bond strength for any substrate employed in construction. The first point has commercial logic. However, the second point has no substantial basis, since unlike many adhesives for contemporary materials, of which the behavior and durability of the long-term interfacial bond is not yet known, hydrated lime mortars have a history of centuries of use and, in most buildings, are in excellent condition. A clear example of this are the many mortars used for tile application which were applied about a century ago on the exterior building facades and are still functional, Figure. 1.



Figure 1 - Exterior building tiled facade

1.2. Normative framework

Nowadays, process optimization, improved techniques of execution, but mainly materials evolution, has led materials to have characteristics that respond to the contemporary demands. These material requirements are of various types and standardization is applied to both materials and constructive solutions. Standardization is the activity with the purpose of establishing provisions for the common and repeated use of rules, guides or characteristics of products or services, according to real or potential problems, in order to obtain a satisfactory performance in a given context. New and contemporary materials must satisfy the standardization corresponding to their field of use.

Standardization sometimes does not include in its requirements the special and unique characteristics of old materials and the way of testing the conformity of their parameters (if any) in a way that is suitable for the development of materials for the conservation of built heritage. Bond strength tests

are similar for the various types of materials or building elements. Considering the type of materials studied, table 1 shows the limit values expressed in standards of this characteristic.

Table 1 – Range of bond strength values and curing times of standard documents

Standard	Constructive elements	Tension [MPa]	Curing [days]
EN 1015-12:2000 (CEN 2000)	Plasters and renders (Mortar/substrate)	There is no requirement (CEN 2010) It depends on the load speed	28
EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2012a)	Tiles (Tile/mortar)	Minimum requirement: ≥ 0.5	28
EN 1348:2007 (CEN 2007)	Concrete slab (Mortar/substrate)	Refer to EN 12004:2007+A1:2012	28
Fe Pa36 (LNEC 1986)	Wall coatings (Mortar/substrate)	No limits	28
ETAG 004 (EOTA 2013)	ETICS (Adhesive mortar/substrate)	Minimum requirement: $\geq 0,25$	28
NBR 14081-4 (ABNT 2012)	Ceramic plates (Ceramic plates/mortar)	Minimum requirement: ≥ 0.5	28

Table 1 also shows the range of bond strength values and curing times of standard documents relevant to this study.

Standard EN 1015-12:2000 (CEN 2000): "Methods of test for mortar for masonry - Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates" defines all the procedures to be adopted to test mortar/substrate bond strength. This is the standard normally used in plaster works. These procedures, in terms of sample preparation and testing procedures are very aggressive to lime based mortars. The consequence of its use is low accuracy of the results.

Standard EN 12004:2007+A1:2012 (CEN 2012a): "Adhesives for tiles. Requirements, evaluation of conformity, classification and designation" applies to adhesive cements, aqueous dispersion adhesives and reaction resin adhesives for exterior and interior applications of floor and wall ceramic tiles. The range of products such as tile adhesives and adhesive cements has been developed for modern tiles adhesion. These products are not suitable for old tiles because they provide an excessive

bond strength to tiles (minimum $\geq 0.5\text{MPa}$, table 1) and are also incompatible with old tiles and substrates. These mortars have physical (less porous) and chemical (presence of soluble salts) incompatibilities with original lime-based mortars.

Standard EN 1348:2007 (CEN 2007): "Adhesives for tiles - Determination of tensile adhesion strength for cementitious adhesives" defines the test method for determination of bond strength of cementitious adhesives to tiles. This standard refers to the standard EN 12004: 2007 with respect to modes and values of rupture.

Testing procedure Fe Pa36 (LNEC 1986): "Pull-out test" defines the pull-off test procedures performed in Portugal, at the National Laboratory for Civil Engineering, in laboratory and in-situ tests. This document presents similar procedures to EN 1015-12:2000 (CEN 2000).

ETAG 004 (EOTA 2013): "Guideline for European Technical Approval of External Thermal Insulation Composite Systems (ETICS) With Rendering" defines the test method and requirements for determination of bond strength of adhesive mortars to substrates. Adhesive mortars are inadequate to these works.

NBR 14081-4 (ABNT 2012): "Adhesive mortars industrialized for the settlement of ceramic tiles Part 4: Determination of the bond tensile strength" defines the bond strength requirements for adhesive industrialized mortars to ceramic tiles. Adhesive mortars are inadequate for these works.

1.3. Bond strength studies in literature with mechanically weak mortars

Table 2 presents bond strength values between mortars and some substrates. These values are from studies with similar mortars and test characteristics to this work.

Table 2 - Bond strength values of other studies

Work authors	Mortar	b/a ratio (vol.)	curing (days)	Standard	Substrate	Bond strength Average (MPa)	STD	CV (%)	Rupture
Abel Sá (Sá 2005)	L+SD	1:3	120	LNEC Pa 36 (LNEC 1986)	Stone masonry	0,04	0,02	65,50	Adhesive S/M
	L+SD	1:3				0,04	0,03	63,16	Adhesive S/M
	HL+SD	1:3				0,06	0,01	11,10	Adhesive S/M
	L+PC+SD	1:3				0,11	0,07	61,64	Adhesive S/M
	L+mud+SD	1:3				0,06	0,01	14,11	Adhesive S/M
Ana Martins (Martins 2010)	L+SD	1:3	203	EN 1015-12:2000 (CEN 2000)	Fired clay bricks	0,02	0,01	43,45	Adhesive S/M
	L+MK+SD	1:3				0,02	0,01	33,99	Adhesive S/M
Marta Mendes (Mendes 2008)	L+SD	1:2,5	90	Expedite test (Vidro 2003)	Hydraulic mortar plaster	0,01	0,00	23,08	Adhesive T/M
	L+HL+SD	1:2,5				0,04	0,01	30,53	Adhesive T/M

	HL+SD	1:2,5				0,08	0,04	45,52	Adhesive T/M	
Pammila Corrêa (Corrêa, Estudo do Mecanismo de Aderência de Azulejos e Argamassas de Cal em Revestimentos Históricos 2011)	XIX th mortar	-	-	45	NBR 14082 (ABNT 2012)	Standard substrate NBR 14082 (ABNT 2012)	0,13	0,06	46,15	M
		-	-				0,34	0,16	47,06	M
	L+SD	1:3	0,01				0,00	14,29	Adhesive T/M	
	L+SD+MK	1:3,3:0,05	0,02				0,01	55,56	Adhesive T/M	
	L+SD+MK	1:3,3:0,1	0,05				0,03	66,67	Adhesive T/M	
	L+SD+MK	1:3,5:0,16	0,05				0,02	47,60	Adhesive T/M	
Goreti Margalha (Margalha 2009)	L+SD	1:3	90	EN 1015-12:2000 (CEN 2000)	Fired clay brick	0,09	0,03	30,00	M	
	Quick lime+SD	1:8				0,01	0,02	167,33	Adhesive S/M	
	Quick lime+SD	1:8				0,02	0,02	110,25	Adhesive S/M	
	L+SD	1:2,5				0,09	0,02	23,91	M	
	L+SD	1:5				0,09	0,02	18,05	M	
	L+PC+SD	1:3				0,19	0,03	13,98	M and S/M	
	HL+SD	1:3				0,28	0,05	19,73	M	
	L+SD	1:3,5				0,04	0,02	50,45	M	
	L+SD	1:3,5			0,02	0,01	84,85	Adhesive S/M		
	L+SD	1:3,5			0,01	0,00	0,000	Adhesive S/M		

STD – Standard deviation; CV – Coefficient of variation; L – Hydrated lime; SD – Sand; HL – Hydraulic lime; PC – Portland cement; MK – Metakaolin; S – Substrate; M – Mortar; T - Tile

Bond strength values between lime mortars and substrates are low, as shown in Table 2. It's a normal range of values in this kind of mortars as explained in Chapter 1.1. According to Table 2, the test results are widely dispersed, justifying that the STD (Standard Deviation) and CV (Coefficient of Variation) are high. CV represents the ratio of the standard deviation to the mean, and it is a useful statistic value for comparing the degree of variation from one data series to another (Reh e Scheffler 1996, Aerts, Haesbroeck and Ruwet 2015). Most CV values are high showing great dispersion of results. A small influence on this variation may be due to the fact that the number of tests performed by the authors was small (between 2 and 4 for each composition). Abel Sá (Sá 2005) in similar composition mortars, obtained 2 low and 3 high CV values, which may reveal that the test method is the major factor of values deviation to these differences. Ana Martins (Martins 2010) presents mean CV values, in a global comparison with the other results. The author states that the test method, even with some changes (square metal plates were used and mortar cuts were performed with a grinder

machine) does not show good accuracy in all compositions. Mendes (Mendes 2008) used an expedite test which consisted in applying the original tiles on a wall and performing the bond strength test by gluing a metal plate over the tile glaze before performing the pull out procedure (Vidro 2003). CV values were not very high, but the test has the disadvantage of using the old materials, which results in a waste of material, because for an average of 3 tests, 3 old tiles will be needed. Pammila Correa (Corrêa 2011) followed the procedures of NBR 14082-4 (ABNT 2015). To calculate the average bond strength values, the author used the best 3 values obtained from each series and revealed that due to the conditions of the method, some tests could not be performed. Margalha (Margalha 2009) presents a great variation of CV values and the comments are similar to those of the other authors' works mentioned in table 2. The null CV value of this work corresponds to a test where only two samples were used.

The large values variation revealed in previous works may be justified by the small amount of sampling, but mainly by the test method and low accuracy of the pull-off test machines available in the market. The mechanical characteristics of this kind of mortars make it necessary to adapt the existing standards. In tests already carried out (Botas, Veiga e Velosa 2014, Botas, Veiga e Velosa 2013), in which the standard EN 1015-12: 2000 (CEN 2000) was used for the determination of tile/mortar bond strength, mortars with hydrated lime binders were applied in contemporary and old tiles. The results were not satisfactory because the test method was not effective for the type of materials used, as explained above. The authors have shown that mortars have insufficient mechanical strength for the testing procedures and the pull-off test apparatus does not present satisfactory accuracy for this type of materials. The majority of tests in table 2 were performed with a pull-off test machine with accuracy of $\pm 50\text{N}$. The universal testing machine has $\pm 0,1\text{N}$ of accuracy. It was therefore necessary to develop a specific test for the study of this type of materials that will be presented in the experimental part. The reversibility and applicability of these mortars are also evaluated.

2. Materials and methods

Three test schemes, each one with some variants, have been developed to verify their applicability and the suitability and accuracy of results. Two methods were performed to test the tile/mortar bond strength according to 1015-12: 2000 (CEN 2000) standard. These two methods have variants in order to overcome difficulties and decrease the "weaknesses" of the test. A new test was developed with the intention of being a consistent proposal of a new tile/mortar bond strength measurement for lime based mortars.

In all tests, 3 different mortar compositions were used with different binders: hydrated lime, natural hydraulic lime and Portland cement, as may be seen in Table 3. These binder differences will

predictably provide different levels of magnitude in bond strength values which will allow a comparison of values and suitability between tests and mortar types.

2.1 Materials

Contemporary glazed ceramic tiles (Revigrés factory) were used in order to work with materials with the minimum variability in terms of porosity so that this factor did not influence the variables under study. These specimens have some similarities to the old tiles in water absorption flow (Botas, Veiga and Velosa 2014) and were chosen between some samples of other factories. The tiles were moist prior to mortar application, by immersion in water for one second. The mortars were prepared with siliceous washed river sand from the Tejo River with grain diameter between 0.2mm and 2.36mm. The ceramic tiles used had an open porosity of 30.4% and a pore size distribution between 0.03µm and 4µm. Most of the tile pores are comprised between 0.4µm and 2µm diameters. Fifteen tests were performed for each different mortar and test scheme. In total, 285 bond strength tests were performed.

Table 3 - Mortars composition

Mortars	Binder	Aggregate	Volumetric ratio binder/aggregate (b/a)	Consistence by flow table (mm)
L	Hydrated lime	Silicious river sand	1:2	161
NHL	Natural hydraulic lime		1:3	160
PC	Portland cement		1:3	158

The binders used were hydrated lime (Lusical H100), classified as CL 90-S according to EN 459-1:2015 (CEN 2015), natural Hydraulic lime (Secil), classified as NHL 3,5 according to EN 459-1:2015 (CEN 2015) and Portland cement, classified as CEM II/B-L 32,5N according to EN 197-1:2011 (CEN 2011) standard. The procedure used in mortars mixing was based on EN1015-2: 1998 (CEN 2006) standard. The mixtures were prepared with different amounts of water to obtain the value of 160 ± 5 mm (fluid consistency) in the flow table test (CEN 1999a). Mortars were applied with 20mm of thickness. All applications were conditioned at 23 ° C and 65% RH during 90 curing days.

2.2. Application of mortars on tiles

The mortar was applied directly on the tiles as a uniform layer. Applications in moist tiles (immersed in water for one second), following traditional application procedures, were performed.

After the curing time, the test specimens were prepared according to EN 1015-12: 2000 (CEN 2000) standard. The drilling was carried out in the first hydrated lime (L) mortar specimen and it was found

that the procedure was very aggressive for this type of mortars. The mortar drillings were done manually with the aid of one nail. NHL and PC mortars drilling were mechanically executed because these mortars presented sufficient mechanical strength. Metal plates were glued to mortar circles and the pull-off test was performed.

2.3. Application of mortars in fired clay bricks

In this test scheme mortar was applied over current bricks used in the majority of constructions in Portugal. Before the application of mortar a roughcast was applied in order to increase mortar/brick adhesion. The surface was moistened prior to application of mortar. After application of mortar on the brick, tile specimens (immersed in water for one second) were placed on the fresh mortar. Two shapes were used in terms of tile specimens, square with 50x50mm, and round with 50mm of diameter. This geometric difference aims to study the influence of geometry in bond strength values. Mortar cutting was another variant introduced. In half of the applications the mortar was cut till the brick (drill), perpendicularly to the glazed surface, and in the remaining applications no cut was made in the mortar (no drill). The test was performed according to EN 1015-12:2000 (CEN 2000) standard.

2.4. New bond strength test method

In new bond strength test method, mortar is applied between two equal tile specimens (50x50mm or 50mm diameter) with a thickness of 20mm, inside an acrylic mould. The same quantity of mortar is used in all applications. Applications in moist tiles, following traditional application procedures, were performed. The procedure was to apply a certain amount of mortar on a tile and then squeeze the mortar with a second tile with a uniform tension; after this mortar is compressed between tiles using gentle strikes with a rubber hammer until the mortar thickness achieves 20 mm. This procedure is intended to reproduce the usual on-site procedure. Figure 2 show the compaction procedure. In fact, the modification of application conditions causes changes in tile/mortar bond strength (Zhao and Zhang 1996). After mortar application, the acrylic mould is removed and 24 h later the excess of mortar in tiles boundaries is removed as well. 24 h before the curing time limit is reached, the preparation of specimens for testing is initiated. On the other surface of the tile (the glazed surface) a metal plate is glued where the universal testing machine (ETI-HM-S with a 2 KN cell) is connected. The test was performed by applying a tensile force of 5N/s at the two metal plates to pull-out tiles from mortar. Figure 3 show the test scheme.

In ancient times, the application of the tiles followed processes a little different from the contemporaries. Before they were applied, the tiles were wet before application. There were two ways to apply the mortar: single layer on the back side of the tile, or double layer, with application of the mortar on the wall and tile. After placing the mortar at the bottom of the tile, pressure was

exerted against the support, and then the tile was struck with a rubber hammer in order to bring the tile to the correct position and to enable the complete filling of the voids (Velosa, Ferreira and Ferreira 2012). This new bond strength test method uses coincident techniques like the pressure and the hammer beat with rubber.

After the test, the rupture pattern was studied. Two complementary tests were carried out to verify the reversibility of mortar application and applicability: 1) ability to disintegrate mortars by scratching with a metal object: scratch the mortar surface and verify the imputed degradation; 2) reversibility capacity: removing the mortar after the new test of adhesion and verification of the of reapplication conditions of the tiles. For each type of application, the mortar was removed from the tile (or there was an attempt to) using in sequence three different methods: with a metal nail, with a suitable tool for this type of work (Dremel rotary tool) and with a grinding wheel.



Figure 2 – Mortar compaction



Figure 3 - Test scheme

3. Results

3.1. Application of mortars on tiles

Table 4 – Bond strength values of applications of mortars on tiles

Mortars	L	NHL	PC
Bond strength average (MPa)	0,01	0,04	0,61
STD (MPa)	0,02	0,02	0,07
CV (%)	108,93	59,17	11,68

Bond strength tests for mortars applied on tiles didn't have an acceptable performance, Table 4. As previously stated, it was impossible to mechanically drill L mortars; the procedure is very aggressive, deteriorating the specimens before being tested. In NHL and PC mortar applications, mechanical drilling was possible. The drill in the L mortars was accomplished with the aid of a nail, therefore it is very time consuming and requires an extreme care because the procedure introduces stresses in

testing mortars. L mortars had a very high CV value of 108.93%, reflecting all the disadvantages previously mentioned. 47% of tests with L mortar could not be performed because the mortar was pulled-off before or during the traction machine assemblage. CV values drop as the mortars exhibit higher bond strength. This test scheme also has the disadvantage of material waste. In applications with smaller old tiles (the old tiles are mostly 140x140 mm), one tile only produces one test value.

3.2. Application of mortars on fired clay bricks

Table 5 – Tests in bricks

Mortars	L				NHL				PC			
	□		○		□		○		□		○	
Drill	Yes	No	Yes	No	Yes	No	Yes	No	Yes	No	Yes	No
Bond strength average (MPa)	0,06	0,07	0,05	0,05	0,21	0,33	0,24	0,31	0,94	1,57	1,12	1,70
STD (MPa)	0,03	0,04	0,04	0,04	0,06	0,04	0,06	0,05	0,14	0,26	0,23	0,31
CV (%)	49,17	66,05	92,01	75,88	27,63	12,37	24,21	17,29	14,98	16,57	20,86	18,28

This test presents lower CV values in relation to the previous test scheme in L mortars, Table 5. Despite this improvement, CV values are still very high. 24% of L mortars tests were not performed due to the detachment of the tiles during tension machine preparation and coupling. The tension machine must be assembled on the specimen and requires an initial tightening which often results in detachment. CV values of the stronger mortars, NHL and PC, are lower because all test specimens were tested in perfect conditions. The shape of the tile samples had some influence on their bond strength. In L mortars this factor did not have great relevance, wherein bond strength values of square specimens were slightly higher. Square specimens present lower CV than round specimens. However, this trend is reversed for higher strength values. This trend should be due to the stress distribution and stress concentration at the corners of the square specimens. According to Costa (Costa 2007) citing (Beer e Johnston Jr. 1981), this stress concentration at the square specimen's corners can be explained similarly to torsion of a square beam; the cross sections of the square beam does not remain flat when subjected to torsion, losing its initial shape, which causes a hardening in the corners rising localized stress, while in circular beams, all the cross section remains flat and retains its shape due to the axissimetry. Mortar cut (drill) also had influence on bond strength values. In all cases, bond strength values of drilled mortars were lower, explained by tile/mortar stresses distribution; While in the cut mortars tensions are only transmitted vertically in mortar till the brick, in non-cut mortars the stresses are also distributed to the lateral areas of the mortar in contact with

the tile and adjacent mortar. The absolute values of NHL and PC are possibly a little higher than expected because the mortar was not cut entirely to the brick. This stress distribution is similar to the Karl Terzaghi tension Bulb, of a distributed load on the ground (Murthy 2002). The stress distribution process is similar to the tile/mortar interaction, but with opposite tensile stress.

3.3. New bond strength method

Table 6 - New bond strength method results

Mortars	L		NHL	PC
Tiles	□	○	□	□
Bond strength average (MPa)	0,06	0,06	0,14	0,47
STD (MPa)	0,01	0,02	0,02	0,08
CV (%)	22,60	38,48	16,84	16,70

The newly developed bond strength test produced better results in relation to CV values in lime mortars in comparison to the other tests, as can be seen in Table 6. In L samples the bond strength values of square and round specimens are equal, nevertheless there was a greater variance of round specimen results. NHL and PC specimens present solid values with a low CV. The absolute values of NHL and PC are lower than those verified in the brick applications test because in that test the mortar was not cut entirely to the brick and the values were higher than expected. The objective was that the cut was done till the brick in mortar/brick interface, but this procedure in mechanically weak mortars is difficult. The option assumed was to made the cut to brick/mortar interface or immediately before the brick. The values were slightly higher but that fact doesn't interfere with the test. It was verified that the shape does not exert a preponderant influence on the mean of the results, but the round specimen tests had, in most cases, a higher CV. This same trend was observed for L mortar in the new test (mortars for which it was developed the test method), so it was not considered necessary to perform the test on the other types of mortar.

The values corresponding to the applications with the new adhesion test have an average within the range of the other applications but with smaller values variation.



Figure 4 – Rupture applications test of mortars in tiles.

This new test presents a series of advantages in relation to the others, namely:

- Accuracy of the test machine: The test is carried out on a universal testing machine with a 2 KN cell which has higher accuracy ($\pm 0.1N$) than the pull-off machine used ($\pm 1N$, but most common machines of this type are $\pm 50N$), a constant load application and the possibility of obtaining the load graphs until fracture;
 - Application: The application simulates the real in-situ application of tiles with the pressure on the tile and adjustment with the rubber hammer;
 - Ease of adaptation: only 2 pieces of assemblage to the universal testing machine are needed, encompassing the 2 pieces where the screw that engages in the metallic plate is inserted;
 - Breaking pattern: the hypothesis of rupture by mortar/substrate interface is eliminated. The ruptures can only be cohesive by the mortar, adhesive at tile/mortar interface or mixed. Cohesive failure by the tile was set aside due to the low probability of occurrence owing to the fact that mortars are mechanically weak;
 - Better sampling distribution: the Anderson-Darling [(Yazici and Yolacan 2007, Mecklin and Mundfrom 2004)] normality test was performed to obtain the information of the approximation of sampling to normal distribution. The values of the applications on tiles and bricks have a dispersed sampling and the distribution is not approximate to the normal curve. The values obtained with the new bond strength test present a superior approximation to the normal distribution with confidence values always higher than 60%. This test shows that the new bond strength test is the one that guarantees highest confidence in the results distribution.
 - Material savings: bond strength tests must ensure a minimum distance between specimens so that they do not affect each other. In the case of traditional tiles (140x140 mm) it is only possible to make one test per tile. According to the current test, one tile could perform 2 tests.
- All these advantages make it possible to test all low bonding mortar specimens and to obtain solid values with a lower CV than calculated in the other tests.

The breaking pattern was the same in all specimens for each type of mortars: adhesive at tile/mortar interface in L mortars and cohesive in mortar core in NHL and PC mortars.

The evaluation of reversibility is very important for application in the interventions in glazed tile facades. The ability to remove the mortar from the tiles will indicate the reversibility of the work. Table 7 presents a summary of the work carried out removing the mortar from tiles, after the bond strength test, with different methods.

Table 7 - Mortar removing from tiles

Mortars	Metal nail		Dremel rotary tool		Grinding wheel	
	Time (s)	Condition	Time (s)	Condition	Time (s)	Condition
L	109s	Clear	41s (8000rpm)	Clear	-	
NHL	190s	Clear	108s (15000rpm)	Clear	-	
PC	impossible		Impossible		200s	Unacceptable condition

L and NHL mortars are relatively easily removed from the tile. L mortar is easily removed and the tile and also presents good reapplication conditions, figure 5. In terms of NHL mortars, it is possible to use manual removal with a nail or with the Dremel rotary tool, although it has superior bond strength, but can be successfully removed, figure 6. PC mortar, due to its high mechanical strength, is not affected by the first two processes. The use of a grinding wheel, to remove all the mortar from the tile, affected the interface porosity of the tile, figure 7. This test shows that L mortar is the one with the best conditions of reversibility. HL mortar is also reversible in mechanical terms, but the use of PC mortar is completely inadequate due to its lack of reversibility.



Figure 5 – L mortar removal



Figure 6 – NHL mortar removal



Figure 7 – PC mortar removal

Some publications (Botas, Veiga and Velosa 2015, Botas, Veiga and Velosa 2015a, Botas, Veiga and Velosa 2013 (Botas, Veiga and Velosa 2017)) have used this new test with good results. Botas et al. (Botas, Veiga and Velosa 2015) in their study with hydrated lime mortars and new tiles (old tiles simulators), achieved precise conclusions about bond strength of hydrated lime mortars and tiles with different humidity conditions. The tests with old tiles will predictably have higher CV values, because unlike those used in this study, they belonged to original facades and have part of their porosity filled with different mortars; this leads to greater variability of results. Despite this situation, the test method presented here presents higher precision.

The order of magnitude of values is a very important aspect in the study, Botas et al. (Botas, Veiga and Velosa 2015), in their study on bond strength of mortars/old tiles simulators, obtained values between 0.008MPa and 0.051MPa which are of the same order of magnitude to those obtained in this work. Parallel tests performed within this work show that the order of magnitude of the bond/strength values of old tiles/mortars present in the actual facades is similar to the values in this article, Table 8. Thus, it can be concluded that this test method is reliable and applicable both for the

study of the adhesion of new and old tiles and possibly extended to other ceramic materials. Table 8 shows the results of the study with old tiles and the in-situ results on old tiled facades.

Table 8 - Other studies results

Studies	Specimens	Values range (MPa)
(Botas, Veiga and Velosa 2015)	New tiles (laboratory)	0,008-0,051
Studies in course	Old tiles (laboratory)	0,020-0,120
	Old tiles (<i>in situ</i>)	0,017-0,050

4. Conclusions

Rehabilitation and conservation mortars for old buildings have different characteristics from those developed for contemporary works. Most of them have air binders with low mechanical strength and low bond strength, which does not mean that they have a reduced durability, as evidenced by the real examples of old materials that nowadays remain in very good conditions.

Existing standardization does not contemplate all specificities of mortars for conservation and rehabilitation works, especially for the application of old ceramic tiles. Bond strength is a fundamental characteristic in mortars since it measures and evaluates the connection between materials. Bond strength test according to 1015-12: 2000 (CEN 2000) is unsuitable for this type of application of building materials.

The new bond strength test developed in this work offers the advantages of precision of the test machine, ease and reliability of application of the tile test samples, ease of adaptation, elimination of other rupture modes, saving of materials and, mainly, reliability of results. This test scheme not only provided the test of all test specimens but also had a low coefficient of variation, 22.60%. This value is the lowest among all the other test results using low bond strength mortars.

Hydrated lime mortars are adequate and reversible for this kind of application. This type of mortar enables the removal of tiles from facades, allowing intervention on degraded tiles and reuse. Natural hydraulic lime mortars show some reversibility. This kind of mortars should be recommended for works where the hydrated lime mortars don't guarantee the necessary bond strength, since there are tiles with different compositions and porosity characteristics. Any kind of adhesive and Portland cement mortars are inadequate and irreversible in their use for old tile application in facades.

5. Acknowledgements

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles" (SFRH/BD/88890/2012), PRESERVE project – LNEC and the companies Revigrés, Lusical and Lena Agregados.

Compliance with Ethical Standards

Funding: This study was funded by Portuguese Foundation for Science and Technology (SFRH/BD/88890/2012). The authors declare that they have no more conflict of interest.

References

ABNT. "Adhesive mortars industrialized for the settlement of ceramic tiles Part 4: Determination of the bond tensile strength." *NBR 14082-4*, 2012.

Aerts, S., G. Haesbroeck, and C. Ruwet. "Multivariate coefficients of variation: Comparison and influence functions." *Journal of Multivariate Analysis*, December 2015: 183-198.

Athens charter. *The Athens Charter for the Restoration of Historic Monuments*. Athens: First International Congress of Architects and Technicians of Historic Monuments, 1931.

Beer, F. B., and E. R. Johnston Jr. *Mechanics of Materials*. New York: McGraw Hill, 1981.

Botas, S M D, M R Veiga, and A L Velosa. "Reapplication Mortars for Old Tiles: Characteristics of Tiles and Mortars and Selection Criteria." *International Journal of Architectural Heritage*, 2014: 124-139.

Botas, S., R. Veiga, and A. Velosa. "Air lime mortars for conservation of historic tiles: Bond strength of new mortars to old tiles." *Construction and Building Materials*, 2017: 426-434.

Botas, Sandro Miguel, Rosário Veiga, and Ana Velosa. "Adhesion of Air Lime-Based Mortars to Old Tiles: Moisture and Open Porosity Influence in Tile/Mortar Interfaces." *Journal of Materials in Civil Engineering*, Vol 27 May 2015: Issue 5.

Botas, Sandro, Rosário Veiga, and Ana L Velosa. "Adhesion of lime based mortars to old tiles. Moisture content of tiles." *HMC 2013*. Glasgow, 2013.

Botas, Sandro, Rosário Veiga, and Ana Luisa Velosa. “Avaliação da Aderência de Argamassas e Azulejos Antigos.” *Patorreb 2015*. Porto: University of Porto, 2015a.

Botas, Sandro, Rosário Veiga, and Ana Velosa. “Adherence Evaluation in Tile-Mortar Interface.” *Advanced Materials Forum VI 730-732* (2013): 403-408.

Carasek, Helena. *Aderência de Argamassas à Base de Cimento Portland a Substratos porosos - Avaliação dos Fatores Intervenientes e Contribuição ao Estudo do Mecanismo da Ligação*. São Paulo, Tese de Doutorado: São Paulo University - Polytechnic School, 1996.

Carvalho JR, Antônio Neves, P. R. G. Brandão, and J. M. C. Freitas. “Relação Entre a Resistência de Aderência de Revestimento de Argamassa e o Perfil de Penetração de Pasta de Aglomerante nos Poros do Bloco Cerâmico.” *I International Symposium on Mortars Technology*. Florianópolis: Sociedade Brasileira de Tecnologia em Argamassa, 2005. 518-529.

CEN. “Adhesives for tiles - Determination of tensile adhesion strength for cementitious adhesives.” In *EN 1348:1997*. Brussels, 2007.

CEN. “Adhesives for tiles. Requirements, evaluation of conformity, classification and designation.” In *EN 12004:2007+A1:2012*. 2012a.

CEN. “Building lime. Definitions, specifications and conformity criteria.” In *EN 459-1:2015*. 2015.

CEN. “Cement. Composition, specifications and conformity criteria for common cements.” In *EN 197-1:2011*. 2011.

CEN. “Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates.” In *EN 1015-12:2000*. Brussels, 2000.

CEN. “Methods of test for mortar for masonry. Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table).” In *EN 1015-3:1999/A1:2004/A2:2006*. Brussels, 1999a.

CEN. *Methods of test for mortar for masonry - Part 2: Bulk Sampling of mortars and preparation of test mortars*. Brussels: EN 1015-2:1998/A1:2006, 2006.

CEN. “Specification For Mortar for Masonry - Part 1: Rendering and Plastering Mortar.” In *EN 998-1*. Brussels, 2010.

Corrêa, Pammila Rodrigues Japiassú. “Estudo do Mecanismo de Aderência de Azulejos e Argamassas de Cal em Revestimentos Históricos.” In *Master thesis in Civil Construction*. Goiânia: Federal University of Goiás, 2011.

Costa, Eliane Betânia Carvalho. *Investigação do Método de Ensaio de Determinação da Resistência de Aderência de Revestimentos de Argamassa*. Master thesis, Goiânia: Federal University of Goiás, 2007.

EOTA. “Guideline for European Technical Approval of External Thermal Insulation Composite Systems with Rendering.” In *ETAG 004*. Brussels, 2013.

Ferreira, Isabel, and Maria do Rosário Veiga. “Glazed tile facades of Ovar: protective measures developed by the "Atelier of conservation and restoration of glazed tiles" of Ovar city Hall.” *Conservation of Glazed Ceramic Tiles. Research and Practice*. Lisboa: LNEC, 2009.

Kampf, I. “Factors Affecting Bond of Mortar to Brick.” *Symposium on Masonry Testing*. New York: American Society for Testing and Materials ASTM STP 320, 1963. 127-141.

Lanas, J., and J. I. Alvarez. “Masonry repair lime-based-mortars: Factors affecting the mechanical behaviour.” *Cement and Concrete Research*, 2003: 1867-1876.

Lawrence, Robert M., Timothy J. Mays, Sean P. Rigby, Peter Walker, and Dina D'ayala. “Effects of carbonation on the pore structure of non-hydraulic lime mortars.” *Applied Surface Science*, 2007: 1449-1459.

LNEC. “Bond Strength Test Method.” LNEC, 1986.

Margalha, Maria. “Ligantes aéreos minerais. Processo de extinção e os factos tempo na sua qualidade.” *PhD thesis in Civil Engineering - University of Lisbon*, 2009.

Martins, Ana. “A influencia das condições de cura em argamassas de cais aéreas com e sem adição de metacaulino.” *Master thesis in Civil Engineering*, 2010.

Mecklin, Christopher J., and Daniel J. Mundfrom. “An Appraisal and Bibliography of Tests for Multivariate Normality.” *International Statistical Review*, 2004: 123-138.

Mendes, Marta Tamagnini. “Conservação e restauro do azulejo – Estudo de argamassas de reassentamento.” *Master Thesis in Applied Chemistry applied to heritage*, 2008.

Murthy, V. N. S. *Geotechnical Engineering. Principles and practices of soil Mechanics and foundation engineering*. New York: Marcel Dekker, 2002.

Reh, Wolfgang, and Bernard Scheffler. “Significance tests and confidence intervals for coefficients of variation.” *Computational Statistics & Data Analysis*, 10 August 1996: 449-452.

Romero, J. V. *Adherencia al Hormigón de Morteros de Diferentes Bases Químicas*. Madrid, PhD Thesis: Universidad Politécnica de Madrid - Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos, 2010.

Sá, Abel. “Rebocos em paredes de pedra e cal.” *Master thesis in Civil Engineering*, Lisboa 2005.

Sugo, H. O., A. W. Page, and S. J. Lawrence. “A Study of Bond Strength and Mortar Microstructure Developed Using Masonry Cement.” *12th International Brick/Block Masonry Conference*. Madrid, 2000. 1753-1763.

Veiga, Maria Rosário, Ana Fragata, Ana Velosa, Ana Cristian Magalhães, and Maria Goreti Margalha. “Lime-based Mortars: Viability for Use as Substitution Renders in Historical Buildings.” *International Journal of Architectural Heritage* 4, no. 2 (2010): 177-195.

Velosa, Ana Luisa Lomelino, Luis Mariz Ferreira, and Maria Isabel Moura Ferreira. *Manual de Materiais e Técnicas Tradicionais de Assentamento de Azulejos de Fachada*. Ovar: Ovar City Council, 2012.

Venice charter. *International Charter for the Conservation and Restoration of Monuments and Sites*. Venice: Ind International Congress of Architects and Technicians of Historical Monuments, 1964.

Vidro, Centro Tecnológico da Cerâmica e do. *Manual de Aplicação de Revestimentos Cerâmicos*. Coimbra: Associação Portuguesa da Indústria de Cerâmica, 2003.

Yazici, Berna, and Senay Yolacan. “A comparison of various tests of normality.” *Journal of Statistical Computation and Simulation*, 2007: 175-183.

Zhao, Zhi Ye., and Wei Lin Zhang. “Influence of workmanship on the bonding strength of tiles to external walls.” *Int. J. Adhesion and adhesives*, 1996: 17(1), 47-53.

11. Compatible air lime mortars for historical tiled facades – Bond strength versus tile/mortar interface microstructure

Artigo submetido em revista internacional: Botas, S., Veiga, R. & Velosa. “Compatible air lime mortars for historical tiled facades – Bond strength versus tile/mortar interface microstructure”.

Abstract:

The exterior old glazed tiled facades are a very important heritage testimony of Portuguese culture and traditions throughout the years. The adhesion of the mortars to the old tiles is a very important factor in the behaviour of the tile facades. This study performs a mechanical and water behavioural characterization of compatible air lime mortars with old substrates and tiles and a microstructural characterization of tile/mortar interface to evaluate the bond between the materials. Formulated lime mortars present mechanical strength values that provide compatibility. Bond strength varies between 0.01 MPa to 0.1 MPa with old tiles. Ca/Si evolution by EDS analysis provides indications on penetration of lime paste into ceramic biscuit. Higher Ca/Si values result in higher bond strength values.

Keywords: Air lime mortars, tiles, bond strength, interface, microstructure, SEM/EDS.

1. Introduction

The exterior old glazed tiled facades are a very important heritage testimony of Portuguese culture and traditions throughout the years. From the 19th century, with the industrialization of tile production, there was a habit to apply patterned tiles in exterior facades. Nowadays, most of these facades are still in perfect condition, but there are some examples that, due to the inadequate use of the facades like nailing on the tiles, loss of function of the mortars (mostly based on air lime) or damage in tile body or glazed part, require urgent conservation and maintenance. The adhesion of the old tiles to the mortars is a very important factor in the behaviour of the tile facades.

Ceramic part suction, aggregate particle grain size distribution and the composition of mortars affect the bond characteristics between tiles and mortars (1).

The beginning of bond development occurs with the contact of the fresh mortar and the substrate (in this case, the tile) (2). The bond depends on the characteristics of the materials at the tile/mortar interface (3).

The bond is affected by: amount of air inside the mortars, water retention, fluidity, composition, aggregate particle grain size, shrinkage, additions and aging conditions. The properties of the

ceramics that influence the bond are: water absorption, surface texture, physical characteristics of the material, surface coatings, dirt, moisture content, among others.

Bond strength depends, according to Taha and Shrive (4), on many interrelated factors that directly influence its development (surface absorption of the masonry unit, porous structure, mortar composition, water retention of the mortar and cure conditions) or indirectly (surface roughness of the ceramic unit and application conditions). The same authors argue that the quality of the mortar and the superficial absorption of the masonry constituents are the most important aspects in the development of a strong bond and a good adhesive tension.

Upon reaching the necessary conditions, the transport of fluid from the mortar to the tile creates a thin layer of material along the mortar/tile interface. The important properties of mortar and tile that determine the amount of transported materials are those that directly influence the velocity and volume of the capillary flow in conjunction with the fine particle size and the rheological properties of the mortar paste. In the case of ceramics with low capillary suction, solids transport ceases in a few minutes, resulting in less possibility of penetration. In the case of ceramics with high capillary suction, the transport takes place in only a few seconds and the mortar loses a lot of water, resulting in possible workability problems in its handling (5). There are not many studies that directly relate the aggregates of lime mortars to the bond strength. Paes et al. (6) refer to the influence of aggregates on the transport of water from the mortar to the substrate after contact of the two materials. These studies state that mortars with larger particle sizes facilitate the transport of water from the mortar to the substrate.

In the cases that tiles contain a certain moisture content, the penetration conditions of the mortar components in their porosity are improved and adequate hydration and/or carbonation can be promoted in order to establish a strong bond (7).

Water is responsible for the interconnection between the mortar and the tile. It is the "vehicle" that transports the physical components that, once hardened, provide the bond between the two materials. The mortar should have enough water to provide the transport of the fine particles to the tile/mortar interface porosity. A dosage of water in the mortar below the suitable amount will not provide an adequate exchange of components and the bond is weak or even non-existent. If the dosage is too high, it causes excessive amount of water in the interface harming the connection.

Additions and admixtures are introduced in the mortar compositions in order to improve their properties for the specific works for which they are formulated. There are several types of additions of different natures.

The pozzolanic additions are very important in lime mortars. Some of the benefits of introducing these components into the mixture are to increase mechanical strength, provide curing conditions in environments where simple air lime mortars compositions with aggregates and water are not effective. The establishment of adequate proportions of pozzolanic additions in air lime mortars may provide an improvement of their mechanical characteristics without modifying their main compatibility characteristics (8). Arizzi e Cultrone (8) state that this aspect is crucial in the choice of lime mortars in conservation works and have shown that it is possible to overcome some of the disadvantages of applying lime mortars (for example, slow hardening) using additions in appropriate proportions. Liu and Wu (9) corroborate the previous opinion and confirm that the introduction of fly ash improves the mechanical behaviour, and in this specific case, the brick/mortar bond strength.

Microstructural analysis can give important contributions for the explanation of the processes that occur in the ceramic/mortar interface and the corresponding bond characteristics provided by lime mortars with the substrates.

Works carried out to study the mortar/substrate interface were mainly performed with cementitious mortars (10, 11, 12, 13). In the case of air lime mortars the bond with the substrate should be done by the penetration of the calcium hydroxide crystals in the interfacial porosity of the substrate then carbonating into calcium carbonate so providing chemical bonds between the calcium of the paste and the siliceous compounds of the ceramic tiles, with formation of C-S-Hs. Therefore the adhesion is due to the carbonation of the lime in the porous structure of the ceramic. To the best of the authors' knowledge, no microstructural analysis studies of the interface between air lime mortars and ceramic supports were done. The explanations for this seem to be: 1) The search for mortars for contemporary works leads to a more focused study on the interfaces between substrates and mortars additivated with resins and high bonding adhesives; 2) The idea that mortars without hydraulic components have low or insufficient adhesion to any substrate used in construction. The first argument has some logic, but is mainly commercial and it deserves long performance studies in order to confirm the behaviour and durability of these mortars. The second argument is in author's opinion unfounded, since air lime mortars present centuries of use worldwide and in most of the buildings they are still in excellent condition. The mortars used in old tiles applied in several locations in Portugal are testimonies of that good behaviour. However, the study of bond dynamics in ceramics with air lime mortars needs more research.

Helena Carasek (10) analysed the microstructure of mortar/substrate interface using mortars with Portland cement and air lime applied in ceramic substrates. The study was performed using scanning electron microscopy (SEM) with x-ray detector by Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). The author verified that due to the variation of the pore diameter that result in different capillary

suction forces, there are different depths of penetration of the paste and, in the case of mortars composed of cement, lime and sand, the depth of penetration is related to the lime content; higher amounts of lime in the mortar provide greater penetration of calcium. Despite this trend, it is mentioned that mortars with a higher amount of lime are those that have lower values of bond strength to the support.

The interfacial transition zone (ITZ) is the zone that corresponds to interface between ceramic body and mortar (14, 15, 16). The products formed in ITZ and their connections with ceramics are extremely important factors in the explanation of adhesion dynamics. ITZ thickness could vary with materials involved. In previous works with cementitious mortars, ITZ thickness varies from 15 μm to 40 μm (15, 16). In this type of mortars the evolution of Ca/Al/Si and Ca/Si ratios in the ITZ is, according to bibliography (17), an important indication to the bond strength evaluation. All these studies were performed with cementitious mortars. But, with air lime based mortars are these trends the same? What happens in interface of air lime based mortars and ceramic specimens? Does the penetration of calcium occur? How deep is it? This paper aims to give inputs to this discussion.

In this study the bond strength to replica tiles of four siliceous air lime mortars is determined, being that evaluation complemented with a microstructural analysis of the ITZ between lime paste and ceramic tiles by scanning electron microscopy. In the experimental campaign, we have employed original old tiles and replicas. The lime mortars were characterized in their mechanical (flexural strength, compressive strength and dynamic modulus of elasticity) and water transport characteristics (open porosity, asymptotic value of capillary absorption, capillarity coefficient and water retentivity). This research work intends also to verify the influence on bond strength of tiles moisture content, the grain size distribution of the siliceous sands and the use of metakaolin as partial lime replacement.

2. Experimental

The experimental part includes the materials characterization and the performance of the mortars in mechanical and microstructural tests.

2.1. Materials

2.1.1. Mortars

Different air lime (AL) mortar compositions, varying the type of sand and the use of metakaolin (MK) as partial lime replacement, were prepared with a Portuguese hydrated air lime (Lusical H100), classified as CL-90-S according to EN 459-1:2010 (19).

Two types of siliceous sands were employed: mix sand (M) - mixture of washed and well graded siliceous sands (fine – A30, medium – A20 and coarse – A12) and a river sand (R) – washed natural sand from Tejo river. Mortars were prepared with a volumetric binder/aggregate (b/a) ratio of 1:2. MK (Argical M1200S) was used as replacement of 30 % weight of lime. The loose bulk density of materials used in mortar formulations according EN 1097-3:1998 (20) and mortars designations are presented in table 1. The chemical compositions (major elements) of mortar constituents was determined by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Analysis (ICP-MS) and is presented on table 2.

Table 1 - Loose bulk density of materials

Loose bulk density (g/cm ³)	
AL	0.363
MK	0.281
M	1.463
R	1.466

Table 2 - Chemical composition, in weighth %, of air lime, metakaolin and sands used in mortars compositions.

Material	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	L.O.I.*
MK	39.36	54.39	0.01	1.75	0.14	0.10	-	1.03	1.55	0.06	1.90
AL	0.01	-	0.01	0.15	3.09	76.74	-	0.02	0.04	0.01	20.45
M	5.46	88.79	<0.001	0.14	0.32	0.06	0.28	3.42	0.052	0.03	0.23
R	7.10	86.23	0.015	0.84	0.62	0.22	0.79	3.36	0.112	0.05	0.54

* Loss on ignition.

According to table 2, the two siliceous sands have a similar chemical composition, with Al₂O₃ content varying between 5.46 % (M) and 7.10 % (R), and SiO₂ between 88.79 % (M) and 86.23 % (R).

Mortars mixtures were performed according EN 1015-2:1998/A1:2006 (21). Water content used in mixtures was calculated to obtain a fluid consistency value of 160 ± 5 mm in the flow table test according to EN 1015-3:1999 (22). This fluid consistency value was determined by some preliminary tests to evaluate the proper fluidity of mortars for this kind of application (23). In mechanical strength tests and in water absorption characteristics tests were tested 6 specimens in each test. The microstructural analysis were performed in 3 specimens of each mortar composition.

2.1.2. Tiles

Old tiles used are from two different Portuguese factories located in the north part of the country: JPV e Filhos (T1), AACosta - Devesas (T3) and an unknown factory (T2). All the old tiles used came from old tiled facades from Ovar city. After the removal from facade, the tiles were subjected to cleaning actions, brushing with soft brush and water, made by a specialized tiles conservation institute: Atelier de Conservação e Restauro do Azulejo (ACRA).

Replica tiles are from two Portuguese factories: Hcer (R1) and Azupal (R2). These replicas are produced in two phases: 1) firing of ceramic part at the factory; 2) glazing and painting according to ancient traditional techniques by ACRA. Table 3 presents the tiles origin and identification.

Table 3 – Identification of old and replica tiles used in the study

	Identification	Factory	Application location
Old tiles	T1	JPV & Filhos	Exterior
	T2	Unknown	Interior
	T3	AACosta – Devesas	Exterior
Replica Tiles	R1	Hcer	Interior/exterior
	R2	Azupal	Interior/exterior

2.2. Methods

A new bond strength test was performed, following the indications of Botas et al (24), proved to be a suitable and accurate test for this kind of mortars and application, contrary to the traditional test according to EN 1015-12:2016 (25). This new test is performed by a universal force machine with application of a constant force of 5 N/s on specimens. Specimens are performed by application of mortar with thickness of 20 ± 2 mm in 2 tile samples: 1) mortar application on the ceramic part of tile sample; 2) squeeze the mortar with second tile sample until reach the correct thickness; 3) curing for 90 days; 4) glue two metal plates in glaze part of tile, connect with universal force machine and test.

Mortars were applied in tiles with 2 different humidity conditions: 1) immersed (I) – Tiles immersed in water for 1 second before application; 2) saturated (S) – Tiles immersed in water for 24 hours before application. Figure 1 shows the test scheme and figure 2 shows a test specimen.

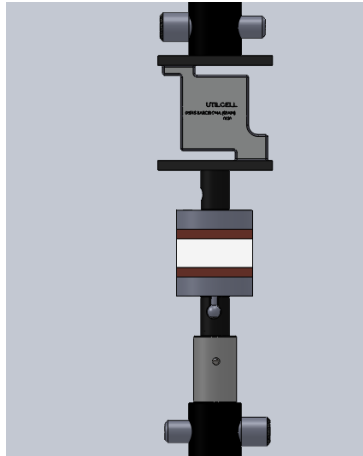


Figure 1 - Adhesion strength test scheme



Figure 2 - Adhesion strength test specimen

Capillary absorption of mortars was determined according to EN 1015-18: 2002 (26). This test allows calculating the value of the capillarity coefficient through the slope of the initial section of the absorption/time diagram and the asymptotic value of capillary absorption which corresponds to the approximate saturation value of the sample. Specimens were tested after 90 curing days.

The open porosity of mortars was determined according to EN 1936:1999 and RILEM PEM 25 (27, 28). Open porosity method is performed by hydrostatic weighing after vacuum immersion of dry, immersed and water-saturated samples; it determines the volume of mortars connected pores. Specimens were tested after 90 curing days.

The water retentivity of fresh mortars was determined according to prEN 1015-8 (29). The water retentivity of mortar samples is expressed as a percentage of its initial water content and is determined by the retention of mortar water when is in contact with a standardized filter paper. Specimens were tested after 90 curing days.

Mechanical properties were evaluated by the three points bending flexural strength (FS) procedure and by a common compressive strength (CS) testing. Tests were performed using a universal force machine (ETI-HM-S with a 2 KN cell) according to EN 1015-11:1999 (30). Specimens were tested after 90 curing days.

The dynamic modulus of elasticity (EM) was determined by the method of frequency of resonance, following the specifications of EN 14146 standard (31). The equipment ZRM 2005 was used. The dynamic modulus of elasticity results of measuring the resonance frequency due to longitudinal vibration of the samples. Specimens were tested after 90 curing days.

Mortars applications, with same compositions as mentioned above, were tested after 90 days of curing at controlled conditions of 20° C and 65% relative humidity, being after analysed by X-ray diffraction analysis (XRD). Mortars were previously dried in an oven at 40 °C till constant mass, and then two types of fractions by sample were prepared for XRD: 1) fine fraction (FF), which corresponds to a higher binder concentration and it was obtained from the fine particles of the disaggregated material passing in a 106 µm sieve; 2) the overall fraction (OF), which corresponds to the mortar as collect and grinded to pass in a 106 µm sieve (32). Two types of fractions were analysed, the fraction corresponding to the mortar as collect

Mineralogical compositions of mortars were obtained using Fe-filtered Co K α radiation of wavelength $\lambda = 1.7903 \text{ \AA}$ with a Philips PW3710 X-ray diffractometer, with 35 kV and 45mA. Diffractograms were recorded from 3° to 74° 2 θ , at an angular speed of 0.05 °/s. Crystalline phases were identified by comparison with the International Centre for Diffraction Data Powder Diffraction Files (ICDD PDF).

To complement the XRD analysis, the overall fraction of each sample was also used for simultaneous thermal analysis (TG-DTA) performed in a SETARAM TGA 92, under argon atmosphere, with heating rate of 10 °C/min, from room temperature to 1000 °C.

The internal structure of the mixes and tile/mortar interfacial zone and crystal morphology of samples were analysed by SEM and chemical analysis by EDS. The microscope used was a JEOL JSM-6400 coupled with an OXFORD energy dispersive X-ray detector (EDS), both on polished surfaces. The samples were collected from the bond strength tests applications, dried, impregnated under vacuum

with an epoxy resin, cut, ground and polished with adequate abrasives. Before the observations, samples were sputtered with gold-palladium film in a BALTEC sputter coater.

XRD, TG-DTA, SEM and EDS tests were performed only in replicas and replicas applications. The trends in old tile and replicas applications are similar, but more evident and linear in replicas. The old tiles were already in a facade and the analysis could not be so conclusive like replicas. Although, the trends in bond strength characteristics are similar, so this extrapolation is linear.

3. Results and discussion

3.1. XRD and TG-DTA

Table 4 presents the mineralogical composition obtained by XRD of the mortars at 90 days of curing.

Table 4 - XRD analysis of tiles and mortars at 90 days of curing

Mineral phases identified	Specimens identification									
	Tiles biscuit		Mortars							
	R1	R2	AL+M		AL+R		AL+M+MK		AL+R+MK	
	OF	OF	OF	FF	OF	FF	OF	FF	OF	FF
Quartz	+++	+++	+++/++++	+	+++	+	+++	+ /++	+++	+
Feldspars	++	++	++	Tr	++	+	+ /++	+	+ /++	+
Mica	-	-	-	-	Tr/+	tr	-	Tr	Tr/+	Tr
Kaolinite	-	-	-	-	Tr	?	-	-	tr	Tr
Diopside	Tr/+	+	-	-	-	-	-	-	-	-
Portlandite	-	-	+	++	Tr	+ /++	-	-	-	-
Calcite	-	-	+ /++	+++	+ /++	+++	+ /++	++ /+++	+ /++	++ /+++
Mullite	Tr/+	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Gehlenite	-	Tr	-	-	-	-	-	-	-	-
Vaterite	-	-	-	-	-	-	-	+	?	+

Peak intensity: ++++ - predominant compound; +++ - high proportion; ++ - medium proportion; + - low proportion; tr - traces; ? - doubts in presence; - undetected; OF = Overall Fraction; FF= Fine Fraction; R1 – Replica tiles 1; R2 – Replica tiles 2

As can be seen from table 4, quartz and feldspars are the main minerals present in tiles biscuit. Diopside is also present, being assigned to it a positive effect on properties of ceramics reducing shrinkage and deformation and improving durability (33). Besides, R1 presents traces of mullite, while R2 has traces of gehlenite. The ceramic biscuits of both have similar chemical constitution.

Mortars present, as expected, quartz and feldspar as the main constituents. Nevertheless, mica and kaolinite are also present in R mortars, being their presence attributed to some clay content in R sand. It should be noted that the addition of MK caused changes in terms of portlandite consumption. Lime mortars (AL+M and AL+R) present some free portlandite, at 90 days, that indicates that the

carbonation process is not already finished; while in MK mortars the portlandite is absent and the quantity of calcite is higher, indicating thus that pozzolanic and carbonation reactions have consumed all portlandite. Vaterite was also found in MK mortars, being their presence usual in lime-metakaolin mortars (34; 35).

TG-DTA was done to complement the XRD analysis. Figures 3 and 4 present the TG-DTA-dTG curves of LM+R and LM+R+MK, respectively. All mortars are characterized by an important mass loss in the temperature range 500 – 900 °C, which corresponds to the decarbonation region of carbonates. In LM+R mortars a small effect in dTG curve is present in 400 – 500 °C range, which was attributed, according the XRD analysis (Table 4), to portlandite decomposition. In DTA curves, an endothermic peak at ~575 °C is present in all mortars, which is attributed to allotropic transformation of α -quartz to β -quartz.

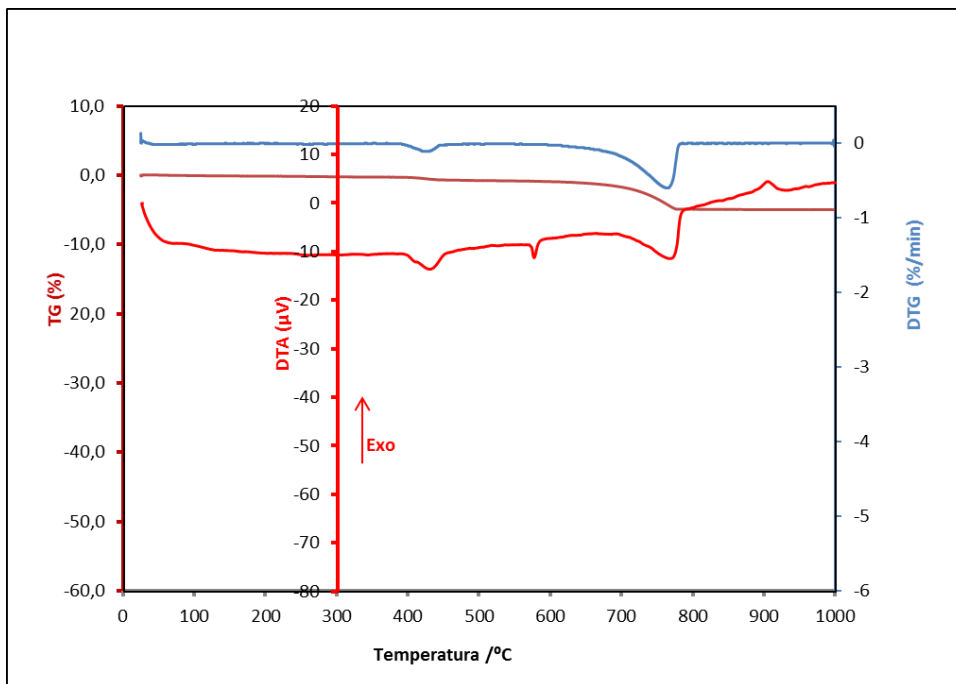


Figure 3 - TGA-DTA-dTG curves for LM+R mortar at 90 days of curing

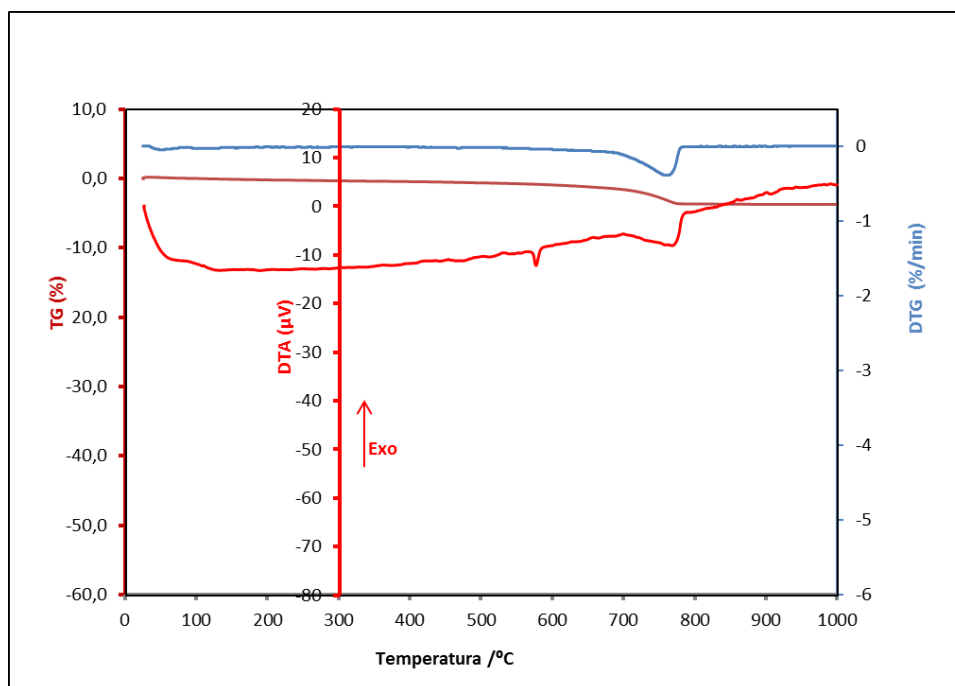


Figure 4 - TGA-DTA-dTG curves for LM+R+MK mortar at 90 days of curing

3.2. Porosity and water behaviour

Table 5 presents the results of porosity and water behaviour of the tested mortars.

Table 5 - Porosity and water behaviour of mortars

Age/state	Open porosity (%)		Asymptotic value of capillary absorption (kg/m ²)		Capillarity coefficient (kg/m ² · min ^{0.5})		Water retentivity (%)	Water/binder ratio
	28 d	90 d	28 d	90 d	28 d	90 d		
AL + M	22.73	27.36	38.95	38.51	4.35	3.40	91.87	1.78
AL + R	28.20	28.20	40.25	39.80	4.30	3.74	88.00	1.90
AL+MK+M	31.37	30.30	47.06	46.96	2.56	2.23	90.17	1.98
AL+MK+R	31.07	30.56	47.11	46.58	3.24	3.22	85.05	2.09

As can be seen (Table 5), MK mortars present always higher values of porosity and water absorption than air lime mortars. This trend is explained by physical characteristics of the materials; MK present

higher specific surface than air lime (Table 1). The higher quantity of water that is necessary to reach the same flow values of mortars influences the porosity of mortars as losing kneading water is the main contributor to open porosity of mortars in early ages (8). Mortars with R sands present higher open porosity than M sand mortars. Along the curing time it can be seen that air lime mortars tend to increase their porosity values while metakaolin mortars show opposite trend. Metakaolin trend can be explained by the faster hardening of metakaolin mortars and consequent filling speed of their pores with the products of carbonation and hydration. The asymptotic values of capillary absorption generally follow the trend of open porosity. Capillary coefficient decreases with curing time due to the reduction of the pore size, filled with the carbonation and/or hydration products. Water retention is an important characteristic that distinguishes air lime mortars from AL + MK mortars, having the former higher water retention capacity. Our results confirm that principle (36).

3.3. Mechanical strength

Mechanical strength tests are an important indicator of mortar behaviour and of mechanical compatibility to the substrates. The lower values of lime mortars, comparing to cement mortars, are an advantage that promote the compatibility and long term durability of the facade system.

Table 6 - Mechanical strength of mortars

Mortars	Mechanical strength					
	28 d			90 d		
	FS	CS	EM	FS	CS	EM
AL+M	0.22	0.42	1880	0.32	0.54	2238
AL+R	0.31	0.42	1845	0.31	0.61	2159
AL+MK+M	0.23	1.34	1261	0.42	1.60	2069
AL+MK+R	0.18	1.09	1686	0.35	1.43	1636

Table 6 shows that FS, CS and EM increase their mechanical strength from 28 to 90 days, which is in accordance with the expected carbonation evolution of these lime mortars. The values of mechanical strength obtained are in line with the values recommended to provide compatibility with

the support (37). MK mortars present, as expected, higher FS and CS values than air lime mortars, being the difference at 28 curing days in general much more pronounced. The exception occurs in terms of the FS of R mortars at 28 days; FS values present a less clear trend than CS values. EM had curious results because they don't correspond to bibliographic trends in these type of compositions (38, 39, 40) as MK mortars present lower EM values than air lime mortars, despite the fact that they have higher FS and CS. The differences in mechanical strength between mortars with different types of sand are minima, as all comparable values are in the same range.

3.4. Bond strength

Figure 5 shows bond strength values of mortars applications in replica tiles.

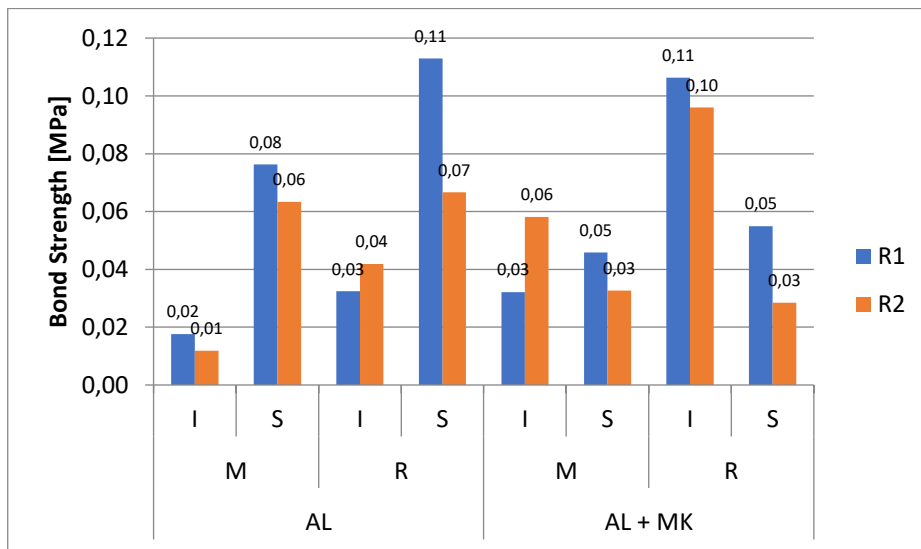


Figure 5 - Bond strength values of applications in replica tiles

Although the R1 replica presents slightly higher values, there are no significant differences in behaviour between the two replica tiles, which can be attributed to similar porous and chemical characteristics. Regarding the sand type, mortars with R sands present higher bond strength values than mortars with M sand, which can be due, to its mineralogical composition. In fact, R sand presents some clay minerals (namely, mica and kaolinite), that could have influenced the bond strength increase. The moisture condition of tiles before application is an important variation issue. In air lime mortars, S (saturated) applications present higher values than I (immersed) applications while in MK mortars the opposite is verified. This finding may be somewhat contradictory to the theory of hardening and the amount of water required in air and metakaolin mortars. Theoretically, a higher amount of water provides better hardening conditions for MK mortars, which in this case did not occur.

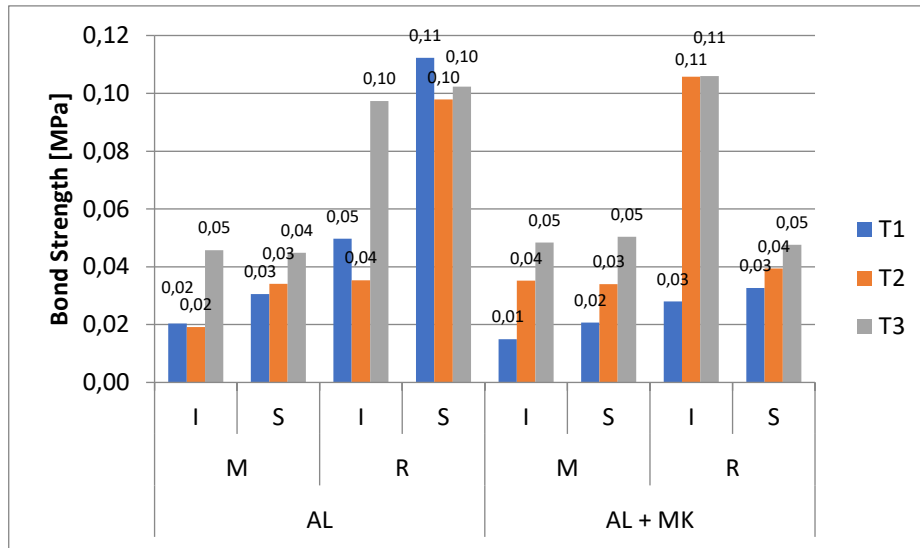


Figure 6 - Bond strength values of applications in old tiles

Old tiles present adequate bond strength values (figure 6). Some values reach 0.10 MPa, a considerable range of values taking into account that the tiles were already taken from old tiled facades and a part of their porosity is filled with the old mortar. T3 present higher values in majority of applications and T1 present the lowest values. The major differences are noted in R mortars, both with and without MK. These trends are slightly less pronounced, but they correspond to the obtained with replica tiles. This observation confirms that replicas are good trends simulator of old tiles bond strength behaviour. Microstructural analyses of tile/mortar interface need to be done to evaluate the connection conditions in interface. Comparing the values and trends of the bond strength values, it was decided to perform the microstructural characterization in replica applications because they not only have a more constant porous structure but also more pronounced trends between all compositions.

3.5. SEM/EDS analysis

To understand the behaviour in tile/mortar interface, SEM/EDS analysis were made at different magnifications in R mortars. R mortars were studied because their results present the clearest trends, with clearer differences between the various applications. Initially, several EDS were performed to obtain the approximate compositions of the lime paste and replica biscuit. Figures 7 and 8 show the EDS of the AL + R lime paste and the R1 biscuit, respectively. Analysis in mortars, figure 7, show great quantity of silica that came from the aggregate, table 2, and high content of Ca, corresponding to observed in table 4. Figure 8 shows that replica biscuit has a higher quantity of silica, some

potassium and slight traces of Ca. The main difference between the two materials is the calcium content. Gold (Au) came from the sample metallisation as preparation for the test.

The reactions on the ITZ are very important to evaluate the interconnection of materials between mortars and tiles. The bond between air lime mortars and ceramic specimens is due to the penetration of fine particles and water from the mortars into the interfacial tile porosity (41). In order to evaluate how deep the penetration of lime into tile biscuit porosity was different linescans were done in the ITZ region (figure 9). The linescans were done with lines from the interface towards the interior of the materials of thereabout 150 μm length.

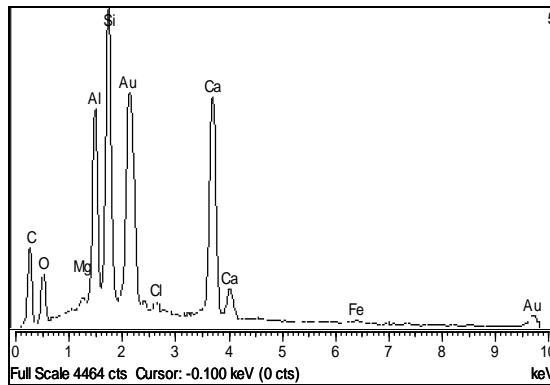


Figure 7 - EDS of typical CAR composition

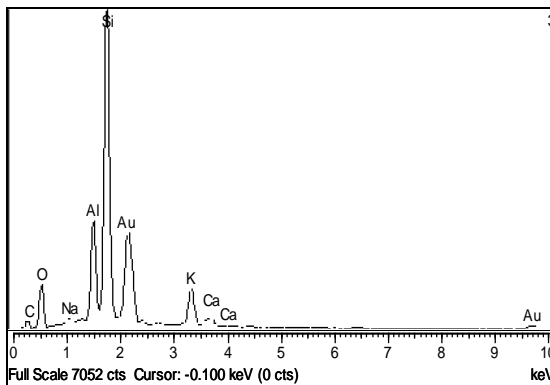


Figure 8 - EDS of typical replica biscuit composition

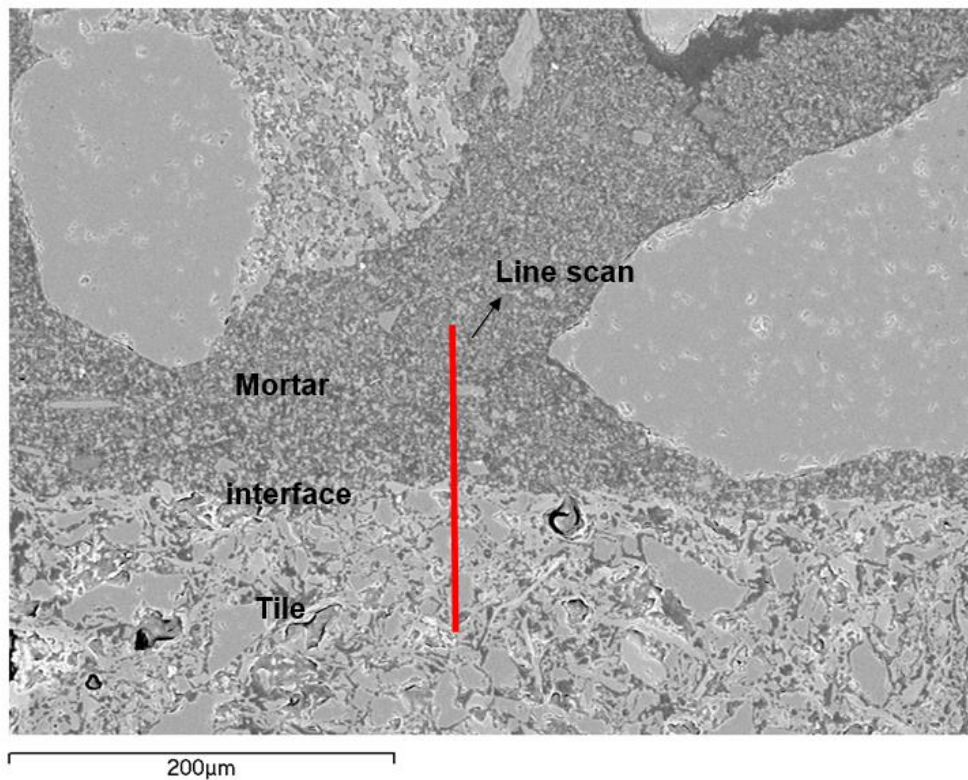


Figure 9 - Example of linescan performed on ITZ region of CAR mortar

The homogeneity of the paste matrix and the penetration of the mortar into the porosity of the tile biscuit is ascertained using calcium to silica ratio (Ca/Si). The obtained results (Figure 10) indicate the expectable trend of decreasing Ca/Si content with tile biscuit depth. Also, MK mortars present pastes with a lower Ca content because they have a lower calcium content in their constitution.

Also from Figure 10 it can be noticed that the Ca penetration don't pass the 30/40 μm depth (16). Deeper than 40 μm the Ca/Si ratio increases as result of calcium silicates presence (e.g. gehlenite) in tiles biscuits, and after that it decreases sharply and remains practically unchanged.

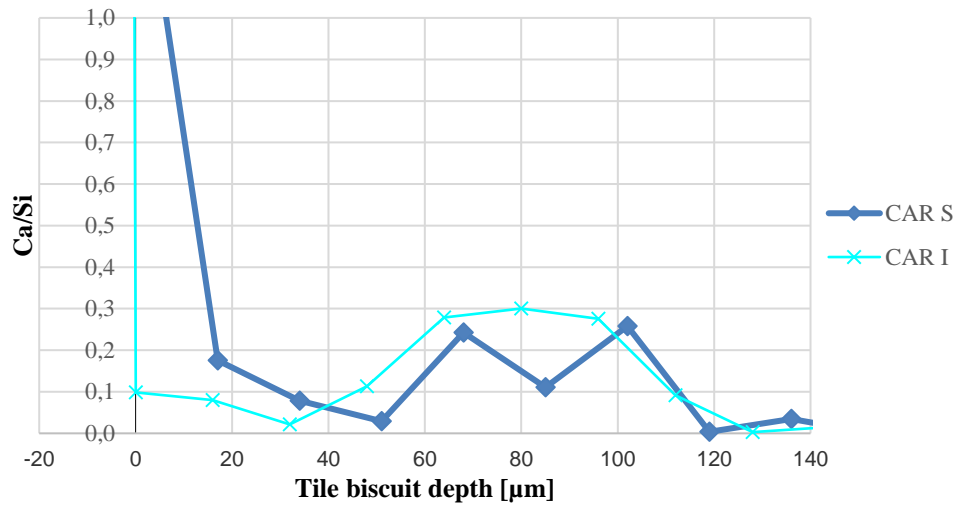


Figure 10 – Evaluation of Ca/Si ratio within tile biscuit depth

In ceramic surface the Ca/Si content is not very high but indicates that there was penetration of the lime paste into tile porosity. This penetration on interfacial tile porosity creates little hooks that provide the bond (15).

A direct correspondence exists between the quantity of penetrated lime paste (increase in Ca/Si ratio) and the bond strength values obtained. In air lime mortars, saturated tiles had higher bond strength values than the immersed tiles, corresponding to a higher Ca/Si ratio into tile interface porosity. In MK mortars we observe an opposite behaviour, verifying that immersed tiles presented higher values than the saturated tiles, and the Ca/Si values confirming this trend. Thus, it is confirmed that bond strength values are related to the penetration depth of lime paste in tile porosity. The quantity of water in interface is the preponderant variation factor. In air lime mortars, a higher quantity of water in ceramic interface favours a slow penetration and provides better interconnection of materials. MK mortars had their behaviour favoured when water is present in the ceramic interface, but an excess of water disfavours the connection.

4. Conclusions

Old glazed tiled facades need to be preserved with materials that doesn't accelerate their aging and degradation. The behaviour of air lime based mortars needs to be further studied, since heritage conservation and restoration actions need to use compatible, durable and reversible solutions.

Studied mortars based on air lime and air lime + metakaolin present compatible open porosity and water percolation characteristics with old substrates and tiles. Air lime based mortars have higher retentivity values than lime metakaolin mortars, showing that water retentivity is directly related with

air lime content. Tested mortars present also mechanical strength values that provide compatibility. Compressive strength values varies between 0.42 – 0.61 MPa in air lime mortars and between 1.09 – 1.60 MPa in lime metakaolin mortars.

Interfacial transition zone depends on characteristics of the materials involved, witch in this case are lime mortars and ceramic tiles. Natural siliceous river sand generally provides higher bond strength values than mixture of graduate siliceous washed sands. The moisture content of tiles before mortar application shows different trends according to type of mortars used. In air lime based mortars a higher moisture content result in applications with higher bond strength values, contrary to metakaolin lime mortars that have a contrary trend. Moisture is an important factor on interfacial bond and an optimized content provides tile/mortar bond strength values around 0.1 MPa, that are adequate values in this kind of materials.

The penetration depth of lime paste into tiles ceramic porosity was verified by Ca/Si ratio evolution. It was verified that lime paste penetrates into tile porosity with a maximum of 20 μm - 40 μm depth. The evolution in Ca/Si ratio in ceramic biscuit follows the relation obtained in mortars bond strength, being higher Ca/Si ratios results correspondent to higher bond strength values.

5. Acknowledgments

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles" (SFRH/BD/88890/2012) and DB-HERITAGE project (PTDC/EPH-PAT/4684/2014). They also acknowledge LNEC (National Laboratory for Civil Engineering) by the support to PRESERVE project and ACRA (Ovar), Lusical and Lena Agregados for providing materials for testing.

6. References

1. **Lawrence, S. J. and So, L.** The Influence of Some Factors on the Tensile Bond Strength of Masonry. *10th IB2MAC*. Calgary, 1994, pp. 929-938.
2. **Sugo, Eber, Page, Adrian W. and Lawrence, Stephen.** Influence of age on masonry bond strength and mortar microstructure. *Canadian Journal of Civil Engineering*. 2007, pp. 1433-1442.
3. **Baker, L. R.** Some Factors Affecting the Bond Strength of Brickwork. *Vth International Brick Masonry Conference*. Washington, 1979, pp. 62-72.

4. **Taha, M. M. Reda and Shrive, N. G.** The Use of Pozzolans to Improve Bond and Bond Strength. *9th Canadian Masonry Symposium*. Fredericton, 2001.
5. **Sugo, H. O., Page, A. W. and Lawrence, S. J.** The Development of Mortar/Unit Bond. *9th Canadian Masonry Symposium*. Fredericton, 2001.
6. **Paes, I. N., et al., et al.** Influence of Water Transportation inside a Mortar/Block System on Bonding Resistance Behavior. *Ingenieria de Construccion*. 2014, Vol. 29, pp. 175-186.
7. **Botas, Sandro, Veiga, Rosário and Velosa, Ana.** Adhesion of lime based mortars to old tiles. Moisture content of tiles. *HMC 13*. 2013.
8. **Arizzi, A. and Cultrone, G.** Air lime-based mortars blended with a pozzolanic additive and different admixtures: A mineralogical, textural and physical-mechanical study. *Construction and Building Materials*. 2012, pp. 135-143.
9. **Li, Gengying and Wu, Xiaozhong.** Influence of fly ash and its mean particle size on certain engineering properties of cement composite mortars. *Cement and Concrete Research*. 2005, pp. 1128-1134.
10. **Carasek, Helena.** *Aderência de Argamassas à Base de Cimento Portland a Substratos porosos - Avaliação dos Fatores Intervenientes e Contribuição ao Estudo do Mecanismo da Ligação*. São Paulo : Universidade de São Paulo - Escola Politécnica, 1996.
11. **Carvalho JR, Antônio Neves, Brandão, P. R. G. and Freitas, J. M. C.** Relação Entre a Resistência de Aderência de Revestimento de Argamassa e o Perfil de Penetração de Pasta de Aglomerante nos Poros do Bloco Cerâmico. *I International Symposium on Mortars Technology*. Florianópolis, 2005, pp. 518-529.
12. **Romero, J. V.** *Adherencia al Hormigón de Morteros de Diferentes Bases Químicas*. Madrid : Universidad Politécnica de Madrid - Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Caminos Canales y Puertos, 2010.
13. **Sugo, H. O., Page, A. W. and Lawrence, S. J.** A Study of Bond Strength and Mortar Microstructure Developed Using Masonry Cement. *12th International brick/block masonry conference*. Madrid, 2000, pp. 1753-1763.
14. **Ji, Tao, et al., et al.** Interfacial Transition Zone of Alkali-Activated Slag Concrete. *Materials Journal*. 2017, Vol. 144, pp. 347-354.

15. **Zegardło, Bartosz, Szelağ, Maciej and Ogrodnik, Paweł.** Ultra-high strength concrete made with recycled aggregate from sanitary ceramic wastes – The method of production and the interfacial transition zone. *Construction and Building Materials*. 2016, Vol. 122, pp. 736-742.
16. **Papaioannou, S., et al., et al.** The Adhesion Properties of Mortars in Relation with Microstructure. *The Journal of Adhesion*. 7, Vol. 91, pp. 505-517.
17. **E.Marrocchino, et al., et al.** Micro-chemical/structural characterisation of thin layer masonry: A correlation with engineering performance. *Construction and Building Materials*. 2009, Vol. 23, pp. 582-594.
18. **H.T.Ozkahraman and E.C.Işık.** The effect of chemical and mineralogical composition of aggregates on tensile adhesion strength of tiles. *Construction and Building Materials*. 2005, Vol. 19, pp. 251-255.
19. **CEN.** *EN 459-1:2010. Building lime. Part 1 - Definitions, specifications and conformity criteria.* . Brussels : s.n., 2010.
20. **CENa.** *Tests for mechanical and physical properties of aggregates - Part 3: Determination of loose bulk density and voids.* Brussels : EN 1097-3:1998, 1998.
21. **CENb.** *Methods of test for mortar for masonry - Part 2: Bulk Sampling of mortars and preparation of test mortars.* Brussels : EN 1015-2:1998/A1:2006, 2006.
22. **CENc.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table).* Brussels : EN 1015-3:1999/A1:2004/A2:2006, 1999.
23. **Botas, S M D, Veiga, M R and Velosa, A L.** Reapplication Mortars for Old Tiles: Characteristics of Tiles and Mortars and Selection Criteria. *International Journal of Architectural Heritage*. 2015, pp. 124-139.
24. **Botas, S, Veiga, R and Velosa, A.** Bond strength in mortar/ceramic tile interface—testing procedure and adequacy evaluation. *Accepted for publication, Materials and structures*. Accepted for publication, Vols. DOI: 10.1617/s11527-017-1086-7.
25. **CENd.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates.* Brussels : s.n., 2016. EN 1015-12:2016.
26. **CENE.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 18: Determination of water absorption coefficient due to capillarity action of hardened mortar.* EN 1015-18:2002. 2002.

27. **RILEM Comission 25 PEM** . Essais recommandés pour mesurer l'alteration des pierres et évaluer l'efficacité des methods de traitement. *Matériaux et Constructions*. 1980.
28. **CENf**. Natural Stone test methods. Determination of real density, and of total and open porosity. *EN 1936:1999*. 1999.
29. **CENg**. *Methods of test for mortar for masonry - Part 8: Determination of water retentivity of fresh mortar*. Brussels : s.n., 1999. prEN 1015-8.
30. **CENh**. *Methods of test for mortar for masonry. Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar*. Brussels : EN 1015-11:1999, 1999.
31. **CENi**. *Natural stone test methods. Determination of the dynamic modulus of elasticity (by measuring the fundamental resonance frequency)*. Brussels : EN 14146:2004, 2004.
32. **Silva, A. S., et al., et al**. Characterisation of historical mortars from Alentejo's religious buildings. *International Journal of Architectural Heritage*. 2010, Vol. 4, 2, pp. 138-154.
33. **Shil'tsina, A. D. and Vereshchagin, V. I**. Ceramic Tiles Containing Diopside and Clay Raw Materials from Khakassia. *Glass and Ceramics*. 3-4, 2000, Vol. 57, pp. 13-16.
34. **Cardoso, D., et al., et al**. Influence of curing conditions in air lime-metakaolin blended mortars - A mineralogical and mechanical study. *HMC 2013*. Glasgow, 2013.
35. **Gameiro, A., et al., et al**. Lime-metakaolin mortars for historical buildings repair: study of the hardening reaction. *DURATINET - LNEC*. 2012.
36. **Sébaïbi, Y., Dheilly, R.M. and Quéneudec, M**. Study of the water-retention capacity of a lime–sand mortar: Influence of the physicochemical characteristics of the lime. *Cement and Concrete Research*. 5, 2006, Vol. 33, pp. 689-696.
37. **Veiga, M. do Rosário, et al., et al**. Lime-based mortars: Viability for use as substitution renders in historical buildings. *International Journal for Architectural Heritage*. 2010, Vol. 4, pp. 177-195.
38. **Veiga, M. Rosário, Velosa, Ana and Magalhães, Ana**. Experimental applications of mortars with pozzolanic additions: Characterization and performance evaluation. *Construction and Building materials*. 2009, Vol. 23, pp. 318-327.
39. **Grilo, J., et al., et al**. Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions. *Construction and Building Materials*. 2014, pp. 287-294.

40. **S.Andrejkočová, et al., et al.** Influence of clay minerals addition on mechanical properties of air lime–metakaolin mortars. *Construction and Building Materials*. 2014, Vol. 65, pp. 132-139.
41. **Botas, Sandro Miguel, Veiga, Rosário and Velosa, Ana.** Adhesion of Air Lime–Based Mortars to Old Tiles: Moisture and Open Porosity Influence in Tile/Mortar Interfaces. *Journal of Materials in Civil Engineering*. Vol 27 May 2015, Vol. 27, pp. 04014161-1-8.

12. Bond strength to old tiles of natural hydraulic lime mortars – suitability of mortars, mechanical and mineralogical characterization

Artigo submetido em revista internacional: Botas, S., Veiga, R. & Velosa. “Bond strength to old tiles of natural hydraulic lime mortars – suitability of mortars, mechanical and mineralogical characterization”.

Abstract

Many of old tiled facades are in urgent need of maintenance. This kind of architectural unique heritage must be preserved and their materials maintained in a conservative vision in order to preserve their authenticity. This paper examines the adequacy of natural hydraulic lime (NHL) mortars in old tiles reattachment and in the application of tiles replicas in old substrates. Several NHL mortars, varying the type of sand, were applied on different ceramic pieces and old renders. Mineralogical and mechanical characteristics of raw materials and NHL mortars were determined, including the mortar/substrate bond strength. Bond strength was found to be directly correlated to mechanical strength of mortars and mineralogical composition of sands. Natural hydraulic lime mortars have shown adequate bond strength values to old tiles and render applications. Mortars with calcareous and clay sand showed better adhesive performance than those with siliceous sands.

Keywords: Bond strength, NHL mortars, old ceramic tiles, conservation, compatibility, mineralogical characterization.

1. Introduction

Exterior old tiled facades are a living patrimony on Portugal, Brazil and other countries with Portuguese influence, as well as on Spain. This valuable heritage is well spread for many Portuguese cities, and marks the Portuguese culture. Their testimony of cultural, architectural, material and social nature has to be preserved. Most of the exterior old tiled facades date from the beginning of 19th to 20th century due to the development of industrialized techniques for tiles manufacture that made them became economically more accessible. Some 19th old tiled facades are in urgent need of maintenance and should be submitted to conservative actions with compatible, durable and reversible [1] materials so as not to lose their authenticity. Interventions should be taken according to the conservation of the whole system: tile/mortar(s)/substrate. Mortars play an important role in the system because they have to be compatible with 2 materials of different nature (tile and substrate) and provide adequate bond strength (BS) for both. Old tiled facade mortars of early 19th century are air lime mortars [2, 3].

Hydraulic binder mortars have been used since Roman period to provide properties that air lime mortars could not achieve, like fast hardening, hardening under humid conditions and under water, with improved durability. In ancient times, these binders were obtained by mixing air lime with pozzolans [4, 5, 6]. In 19th century several advances and technological evolution were made in hydraulic binders field with the production of Natural Hydraulic Lime mortars (NHL) and Portland cement discover. Since then Portland cement has been used up to nowadays as major binding material in construction works do to its physical and mechanical characteristics and great amount of standardization produced [7]. The use of Portland cement as a binder in conservation works is considered inadequate because it has incompatible mechanical and physical properties with old masonries [1, 8, 9, 10, 11, 12,13]. Therefore, in conservation works, particularly in old tiled facades, lime mortars should be used [14], having adequate BS in tile/mortar and mortar/substrate interfaces. Air lime mortars, despite being of the same nature of original old masonry mortars, present some disadvantages like low strengths, long setting time and lack of know-how in for *in situ* manufacture and practical applications [15,16]. NHL mortars are profiled to be an adequate compatible material for old masonries restoration and conservation [17, 18, 19]. NHL is a binder with intermediate properties between air lime and Portland cement. The requirements for the NHL classification changed drastically with the last version of EN 459-1 [20]. Nowadays, NHL cannot have any kind of addition and must present a minimal content of calcium hydroxide and a limited content of sulphates. This fact made that, in recent years, some limes with hydraulic properties that were formerly classified as natural hydraulic limes are now classified as hydraulic limes (HL) or as formulated limes (FL) [21, 19].

BS is a very important issue regarding de application of tiles. Reattachment mortars for old tiles and/or application of tile replicas don't have the same requirements comparing to contemporary works, generally ruled by EN 12004:2007+A1 [22]. Conservation mortars need to have an adequate BS to old materials and should be no much stronger than existing mortars and masonry [16]. BS is dependent of mortars and substrate characteristics: workability [23], water retention, grain size and nature of aggregates, curing conditions, hydraulic capacity and masonry properties [24].

In some types of materials, flexural and compressive strength of mortars are good indicators for mortar BS. Barr et al [25] presents a relationship between compressive/flexural strength and BS of NHL mortars with Cullalò stone, a fine grained grey sandstone from Scotland. These authors find an almost linear relationship between compressive strength and BS.

Moisture content of mortars and ceramic pieces, such as tiles or bricks, is very important to mechanical characteristics of mortars. According to Hanley and Pavía [23], water content of mortars

affects workability that has great influence in compressive and flexural strength, and consequently in mortar/substrate BS.

The microstructure of mortar, influenced by the binder and aggregate types and the binder/aggregate ratio, could present many differences and influence the characteristics of mortars in the fresh and hardened state [26, 12]. The aggregate nature has a great influence in mortar properties and consequently, in the interaction with boundary materials [27]. Many studies were developed to study the characteristics of NHL mortars [25, 29, 19, 23, 29], but there is no record of studies focusing the influence of aggregates composition in their BS to tiles.

The paper focuses on BS study of NHL mortars to ceramic specimens, particularly to old tiles. Different NHL mixtures were developed, varying the nature of the aggregates applied into 5 different ceramic specimens, including 2 old tiles. All mixtures and materials used were mechanically and chemically characterized and a BS test was performed. To verify the compatibility of new mortars to old masonries a BS test was performed applying all mixtures on an old plaster of air mortar. All laboratorial and *in situ* applications were carried out with similar old applications techniques for tiles in facades.

2. Materials and Methods

2.1. Materials

Six mortars compositions, using a Portuguese NHL 3.5 [20] as binding material with six different sands, were prepared. The sands used are of siliceous, calcareous and clayish nature:

- a1) Mix – mixture of three washed and well graded siliceous sands and composed by coarse, medium and fine size grains in a volumetric ratio of 1:1.5:1.5;
- a2) APAS 30 – corresponds to the (a1) finer grain sized sand;
- a3) FPS 120 – fine grain sized sand;
- a4) washed river sand from Portuguese Tejo river;
- a5) calcareous sand from Portuguese Sesimbra region;
- a6) clayish sand – extracted from an old closed clay sand deposit in Ovar city. This clay deposit, according to the reports of old masons that worked on tiled facade buildings, was used for mortar mixtures of many compositions used on facades construction of surrounding area.

The chemical compositions (major elements) of NHL and sands were determined by Inductively coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS). Table 1 presents the chemical composition of binder and sands used and table 2 presents the loose bulk density of materials.

Table 1 - Chemical composition (in wt.%) of binder and sands used in mortars compositions

Material		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI*
Binder	NHL 3,5	10.64	2.89	1.24	0.013	2.20	59.99	0.13	0.50	0.163	0.05	21.02
Sands	Mix	88.79	5.46	0.14	<0.001	0.32	0.06	0.28	3.42	0.052	0.03	0.23
	River	86.23	7.10	0.84	0.015	0.62	0.22	0.79	3.36	0.112	0.05	0.54
	Calcareous	0.70	0.22	0.09	0.001	0.64	53.87	<0.01	<0.01	0.011	0.01	43.42
	Clay	88.87	5.64	1.59	0.010	0.30	0.07	0.10	1.28	0.230	0.01	1.88

*- Loss on ignition.

Table 2 - Loose bulk density of materials used in mortars compositions

Loose bulk density (g/cm ³)		
Binder	NHL 3,5	0.75
Aggregates	Mix	1.46
	APAS 30	1.42
	FPS 120	1.38
	River	1.47
	Calcareous	1.52
	Clay	1.39

According to the Table 1, the siliceous and clay sands have a similar chemical composition with SiO₂ content varying between 86.23 % (river) and 88.87 % (clay), and Al₂O₃ between 5.46 % (mix) and 7.10 % (river). The highest alkali content was obtained for river and mix sands. The calcareous sand is very pure, with 53.87 % of CaO, which corresponds to 96.20 % of CaCO₃.

Five different ceramic specimens were used as base for the NHL mortars application:

1) old1 – old tiles from an exterior old facade of Ovar city dated from 1895-1920 from an unknown factory. Old1 tiles are common ceramic paste tiles composed by a calcic clay;

2) old2 – old tiles from exterior old facade of Ovar city dated from 19th century from Sacavém factory. Old 2 are called “white paste” because ceramic part is composed by stone dust without calcite and magnesite [26]. This kind of tiles is detaching in a faster way from facades and a previous reattachment made with air lime mortars was not satisfactory;

3) Fcb – common fired clay brick specimens;

4) Hcer – old tile replicas used in conservation and rehabilitation works from Hcer factory;

5) Revi – new contemporary glazed ceramic tiles, used in current works from Revigrés factory.

2.2. Methods

All 6 different mortars have 1:3 volumetric binder/aggregate (b/a) ratio. Mortars mixing was made according to EN 1015-2:1998/A1:2006 [31] with some modifications to adapt the procedure to these type of lime mortars. Binder and aggregate were homogenised and put into the mixing bowl. In the first 20 s of mixing, the water was slowly added. The quantity of water was calculated to obtain a 160 ± 5 mm flow table consistency value [32]. The obtained values and the corresponding water/binder ratios are presented on table 3. The mix procedure contemplates a low speed mixing during 150 s, stopping for homogenization of mortar, and final mix during 30 s.

Table 3 - Flow consistency, b/a and w/a ratios of mortar compositions

Mortar	Mortars identification	Volumetric b/a ratio	Flow consistency (mm)	w/b ratio (volumetric)
CH1:3 Mix	M	1:3	161 \pm 1	1.24
CH1:3 APAS 30	A	1:3	160 \pm 2	1.42
CH1:3 FPS 120	F	1:3	158 \pm 1	1.71
CH1:3 River	R	1:3	158 \pm 2	1.31
CH1:3 Calcareous	Ca	1:3	162 \pm 1	1.24
CH1:3 Clay	Cl	1:3	160 \pm 1	1.40

After mortar mixing, prismatic specimens (40 x 40 x 160 mm³) were moulded according to EN 1015-11:1999/A1:2006 [33] and placed in standard curing conditions of HR = 65 \pm 5% and T = 23 \pm 2°C, test-conditions normally used for lime mortars.

These same mortars were applied with a thickness of 20 \pm 2 mm on an air lime render dated from 1983 and placed in exterior, in LNEC’s Natural Weathering Site for Renders, in Lisbon (figure 1)

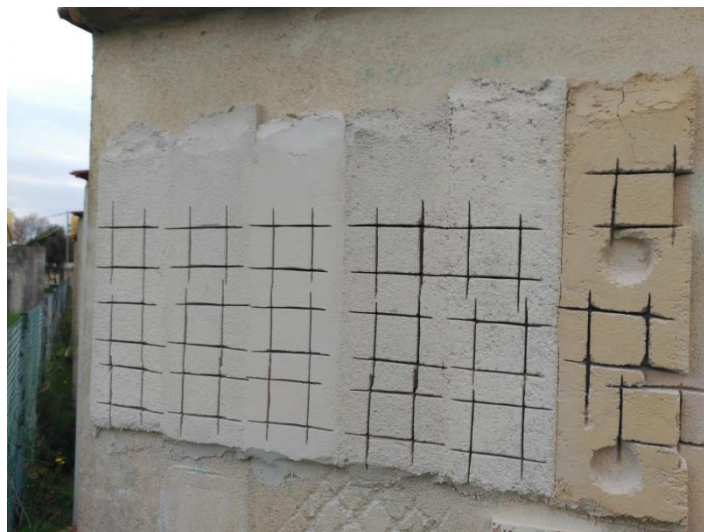


Figure 1 - Mortar applications in an old air lime mortar render (LNEC's Natural Weathering Site for Renders)

2.2.1. X-ray diffraction analysis (XRD)

Small samples of mortars (Figure 1) were removed after 90 days of applications and then dried in an oven at 40 °C, during at least 24 h, to avoid potential differences of humidity in terms of evaluation of composition. Two types of samples were prepared: the *overall fraction* that corresponds to the mortar as collected and that is obtained by grinding the disaggregated mortar to pass in a 106- μm sieve; the *fine fraction*, which has a higher binder concentration and that is obtained from the fine particles of the disaggregated material passing a 106- μm sieve [34]. Mineralogical compositions of mortars were obtained using Fe-filtered Co K α radiation of wavelength $\lambda = 1.7903 \text{ \AA}$ with a Philips PW3710 X-ray diffractometer, with 35 kV and 45mA. Diffractograms were recorded from 3° to 74° 2 θ , at an angular speed of 0.05 °/s. Crystalline phases were identified by comparison with the International Centre for Diffraction Data Powder Diffraction Files (ICDD PDF).

2.2.2. Thermogravimetric and differential thermal analysis (TG-DTA)

To complement the XRD analysis, the overall fraction of each sample was also used for simultaneous thermal analysis (TG-DTA) performed in a SETARAM TGA 92, under argon atmosphere, with heating rate of 10 °C/min, from room temperature to 1000 °C.

In TG analysis several mass losses can be registered in NHL samples, being the most important due to dehydration of portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) (approximately between 400-500 °C) and to decarbonation of calcite (CaCO_3) (approximately between 500-900 °C). Besides the TG and DTA curves, the software of the equipment presents also the TG derivative (dTG curve), that permit to identify more easily when the mass losses begin and end. With the obtained mass losses in the temperature ranges

considered, it is possible to calculate the concentrations of portlandite and calcite (mass %) of the mortars according to the molar relations evolved in the corresponding decomposition reactions [36].

2.2.3. Mechanical strength

The mechanical properties of prismatic mortar specimens were evaluated through flexural and compressive strength tests according to EN 1015-11:1999/A1:2006 [33], after 90 and 365 curing days, in a universal force machine (TSI-HM-S with a 2KN load cell). Three point bending tests were carried out for flexural strength (FS) evaluation using a loading rate of 10 N/s in 4 x 4 x 16 mm specimens. Compressive strength (CS) was performed using a loading rate of 50 N/s in specimen's halves resulting from flexural strength test. Dynamic modulus of elasticity test was determined by the frequency of resonance technique, based on EN 14146:2004 [35].

2.2.4. Bond strength

2.2.4.1. Laboratory test

A new mechanical BS test scheme was developed to overcome the problems of traditional pull-off test [36] in this kind of mortars. The objective was to simulate the traditional application techniques to laboratory environment [37]. Mortar was applied in two square ceramic slabs (50 mm) with a thickness of 20 ± 2 mm. After first slab application, mortar was squeezed with the other slab and hit with a soft rubber hammer till reaching the correct thickness. After curing time (90 days for all applications), two metal plates were glued to ceramic slabs and connected with universal force machine. The application of a constant force of 5 N/s on the plates causes the rupture of the system and BS values and rupture patterns are evaluated. A total of 90 applications were tested. Before mortar application all ceramic specimens were 24 h immersed in water. This technique was used in old tiled facades in order to the tiles absorb water and expand, because they were applied without large joints.

2.2.4.2. *In situ* test

The renders BS test is based on EN 1015-12:2016 [36] with adaptations to be performed *in situ*. It involves the evaluation of tension needed to pull-off a certain render area and the calculation of the rupture tension [38]. To evaluate the BS values of NHL/old air mortar interface 2 different tests were made varying the zone of mortar cutting:

- a) in NHL/air mortars interface (CI), figure 2;
- b) in NHL body with 16 ± 2 mm of depth (CC), figure 3.

A total of 36 pull-off tests were performed, 3 by each mortar mix with the 2 cutting procedures.



Figure 2 -cut in NHL/air mortar interface (CI)



Figure 3 - cut in NHL body with 16 ± 2 mm of depth (CC)

3. Results and discussion

3.1. XRD analysis

Table 4 presents the qualitative mineralogical composition of the mortars in study, which were applied outdoors on *in situ* renders and tested after 90 days.

Table 4 - XRD analysis of NHL mortars at 90 days of natural curing exposition

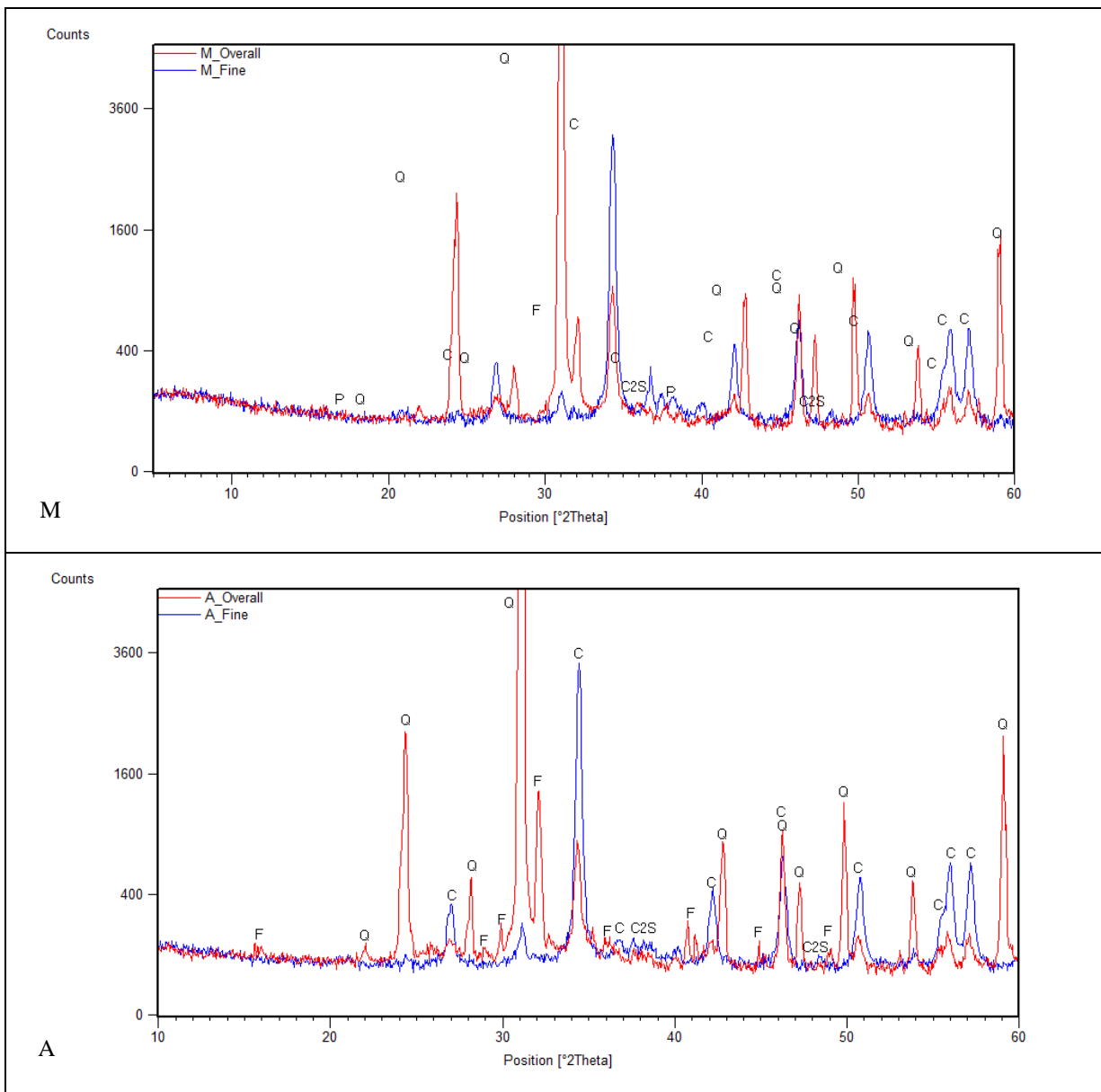
Mineral phases identified	Mortars identification											
	M		A		F		R		Ca		Cl	
	OF	FF	OF	FF	OF	FF	OF	FF	OF	FF	OF	FF
Quartz	+++	tr	+++	tr	+++	+++	++/+++ +	tr/+	+	+	+++	++
K-Feldspar	+/+ +	tr	++	?	-	-	++/+++ +	tr	-	-	+	tr
Mica	-	-	-	-	-	-	+	tr	-	-	tr/+	+
Kaolinite	-	-	-	-	-	-	+	-	-	-	tr	+
Portlandite	tr	tr	-	-	-	-	-	?	-	-	-	-
Calcite	+/+ +	++/+ ++	+/+++	++/+++ +	+/+++	++/+ ++	+/+++	++/+++	+++ +	+++/+++ +	+/+++	++/+ ++
Belite	tr/+	+	tr	tr/+	tr	tr	tr/+	+	?	tr/+	tr	tr/+

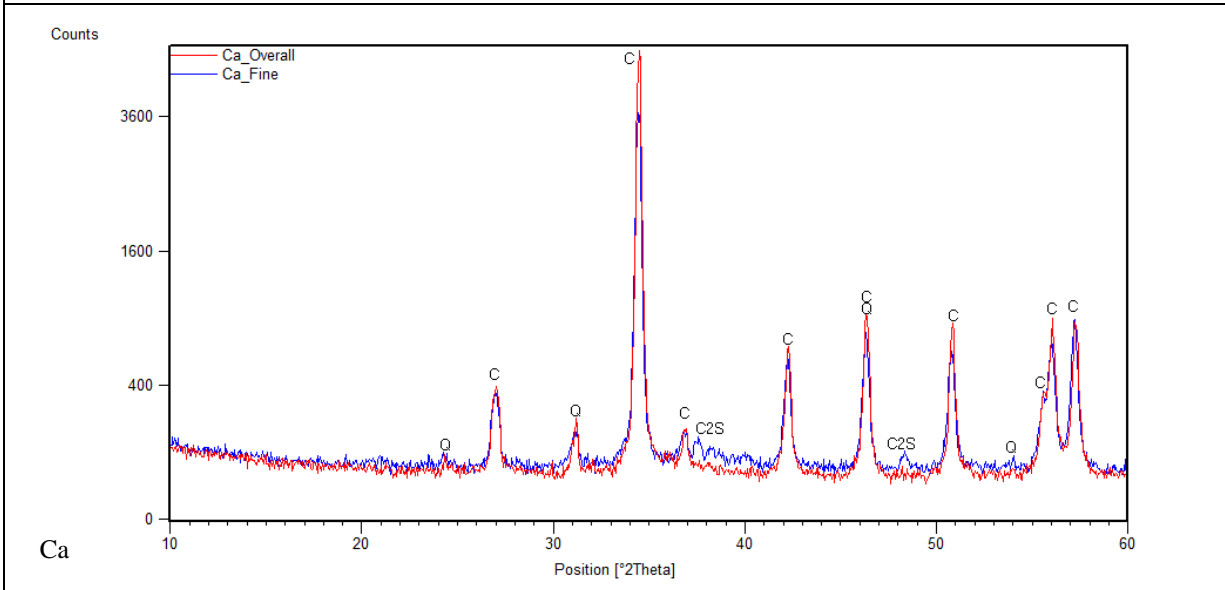
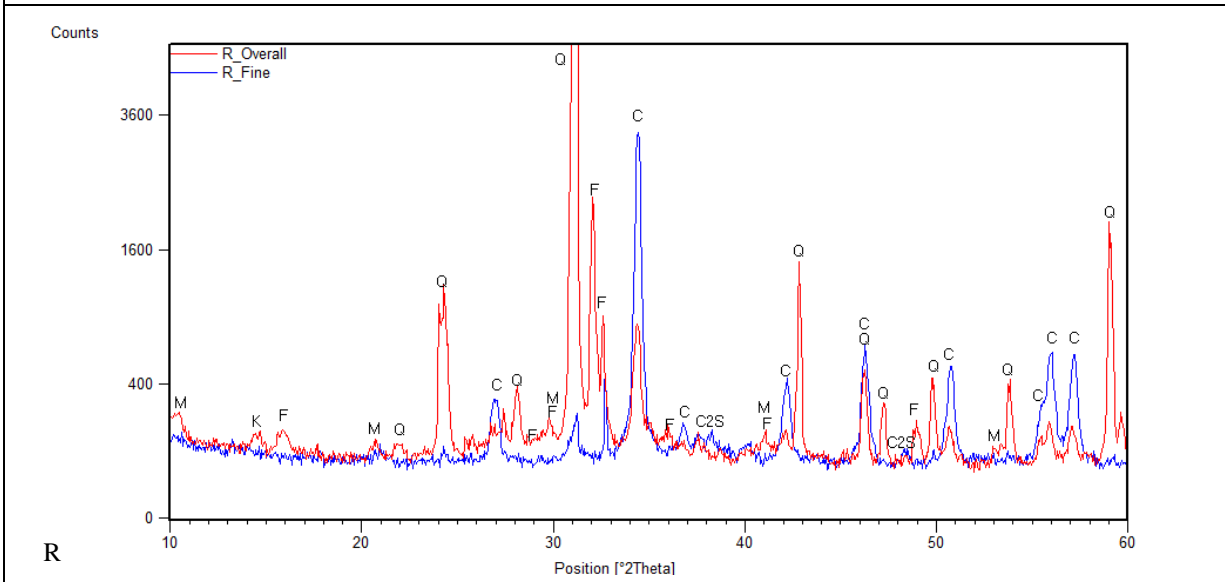
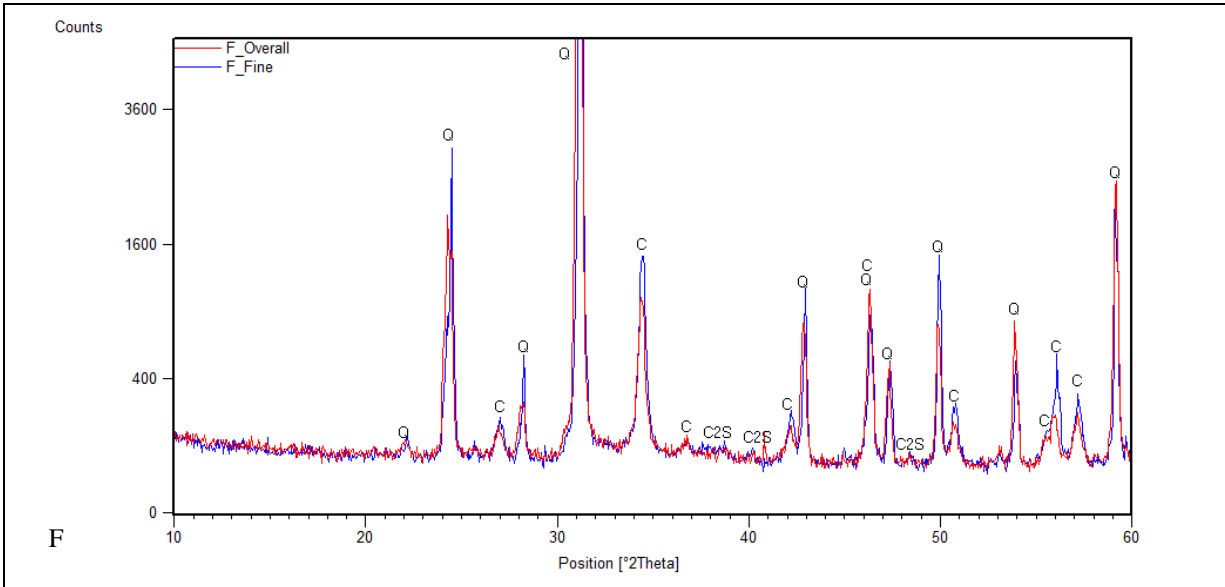
Peak intensity: ++++ - predominant compound; +++ - high proportion; ++ - medium proportion; + - low proportion; tr - traces; ? - doubts in presence; - undetected; OF = Overall Fraction; FF= Fine Fraction

The XRD results show that, with exception of Ca mortar, quartz is the main mineral present, as well as K-feldspar (only in M, A, R and Cl) and calcite, although in smaller quantities. Interesting is to see that feldspar is not present in F mortar, which was prepared with a fine grain sized sand (FPS 120) from Mix sand. Kaolinite is present as traces in Cl mortar, which was prepared with the clay

sand traditionally used on tiled facade buildings. Mica (illite) is also present in R and CI mortars, because they are prepared with sands from natural deposits and were used unwashed. Calcite is, as expected, the predominant mineral in Ca mortar, since the sand used is of calcitic nature.

The absence of portlandite, excluding traces in M mortar, shows that the mortars are already carbonated, but had not completed the hydration process due to the presence of belite. Belite is responsible for the “late” hydraulic strength to the mortars [17]. Figure 4 presents the diffractograms of all 6 mortars compositions.





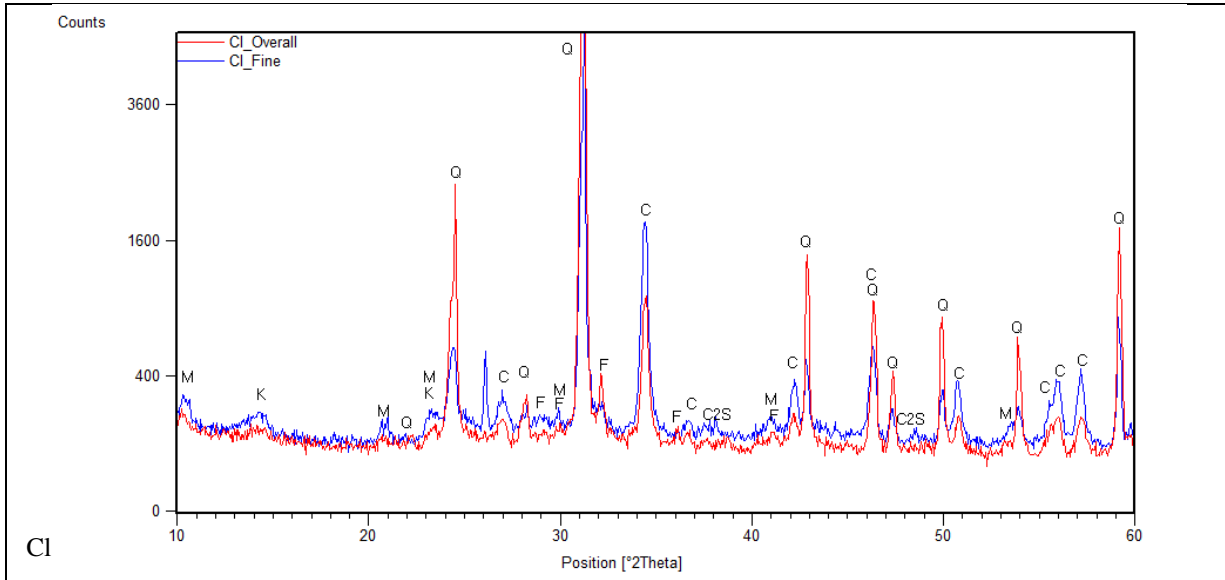


Figure 4 - XRD records of CI mortar. Notation: F – Feldspar; M – Mica; K – Kaolinite; Q – Quartz; C – Calcite; C2S – Belite; FF – fine fraction; OF – Overall fraction.

3.2. TG-DTA analysis

As already mentioned, TG-DTA was done to complement the XRD analysis. Figures 5 to 7 present the TG-DTA-dTG curves of the mortars under evaluation. All mortars are characterized by an important mass loss in the temperature range due to the loss of CO₂ from calcite (500 – 900 °C). In M and CI mortars a small effect is detected in dTG curves in 400 – 500 °C region, which was attributed, according the XRD analysis (Table 4), to portlandite and kaolinite decomposition, respectively. Also, an endothermic peak at ~575 °C in DTA curves is present in M, A, F, R and CI mortars, which is attributed to allotropic transformation of α-quartz to β-quartz.

Table 5 shows the mass losses (ML) and the content of the main crystalline phases obtained by TG analysis. The temperatures ranges considered were mainly attributed to:

- T_{amb} → 400 °C – CSH dehydration;
- 400 → 500 °C – portlandite, or kaolinite, dehydroxylation;
- 500→900 °C – calcite decarbonation.

Taking into account the TG results, the contents of free portlandite (Ca(OH)₂) and calcite (CaCO₃) were determined by Eqs. (1) and (2):

$$\text{Ca(OH)}_2 = \text{ML}(400\text{-}500\text{ °C}) \times k_1 \quad (1)$$

$$\text{CaCO}_3 = \text{ML}(500\text{-}900\text{ °C}) \times k_2 \quad (2)$$

being the constants k₁ and k₂ the molar masses (MM) quotients: k₁ = MM[Ca(OH)₂]/MM(H₂O) and k₂ = MM(CaCO₃)/MM(CO₂).

As can be seen, all mortars show a high amount of calcite, which implies, with exception of M mortar, that portlandite was totally consumed in the carbonation reaction.

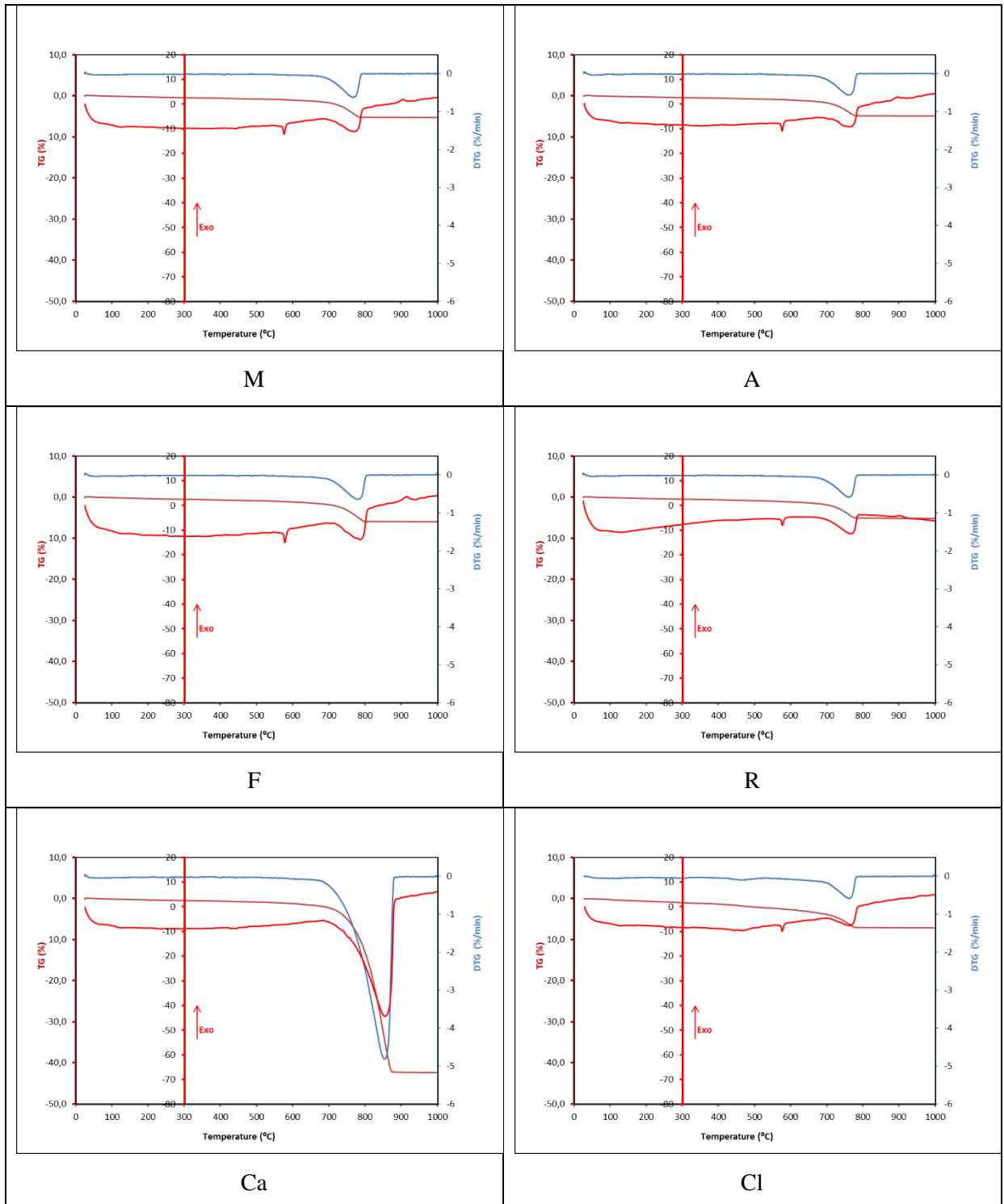


Figure 5 – TGA-DTA-dTG curves for NHL mortars

Table 5 - Mass losses (wt%) and content of main phases obtained by TG-DTA analysis

Mortar	Mass losses (%)			Main phases content (%)	
	t _{amb} - 400	400 - 500	500 - 900	Ca(OH) ₂	CaCO ₃
M	0.59	0.19	4.46	0.78	10.14
A	0.55	-	4.12	0	9.36
F	0.66	-	5.08	0	11.55
R	0.63	-	4.26	0	9.68
Cl	1.22	-	4.84	0	11.00
Ca	0.61	-	41.47	0	94.25

3.3. Mechanical characteristics

The mechanical results of prismatic mortar specimens at 90 and 365 days are presented in figures 6, 8 and 9.

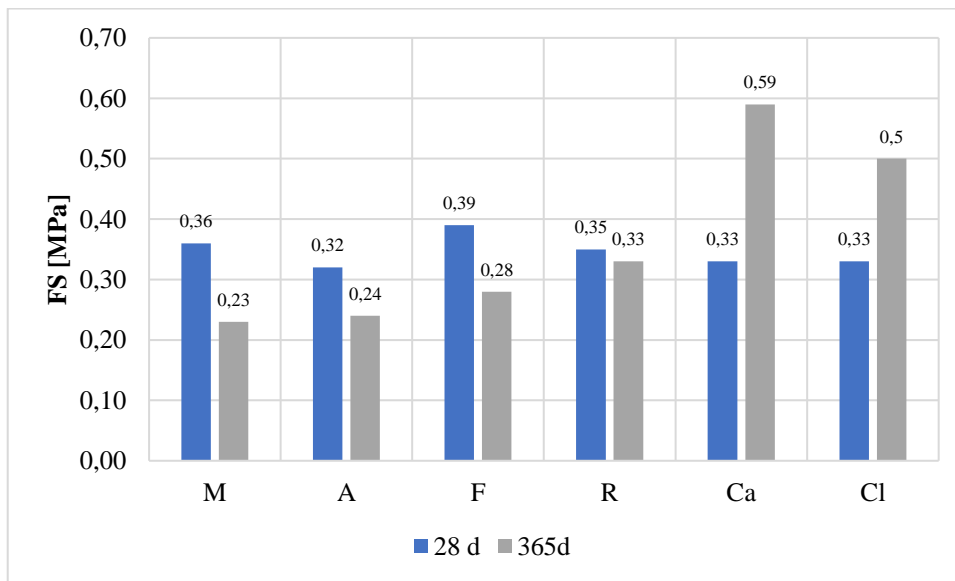


Figure 6 - Flexural strength values of prismatic mortar specimens



Figure 7 - Image at stereozoom microscope of mortar A with 90 curing days

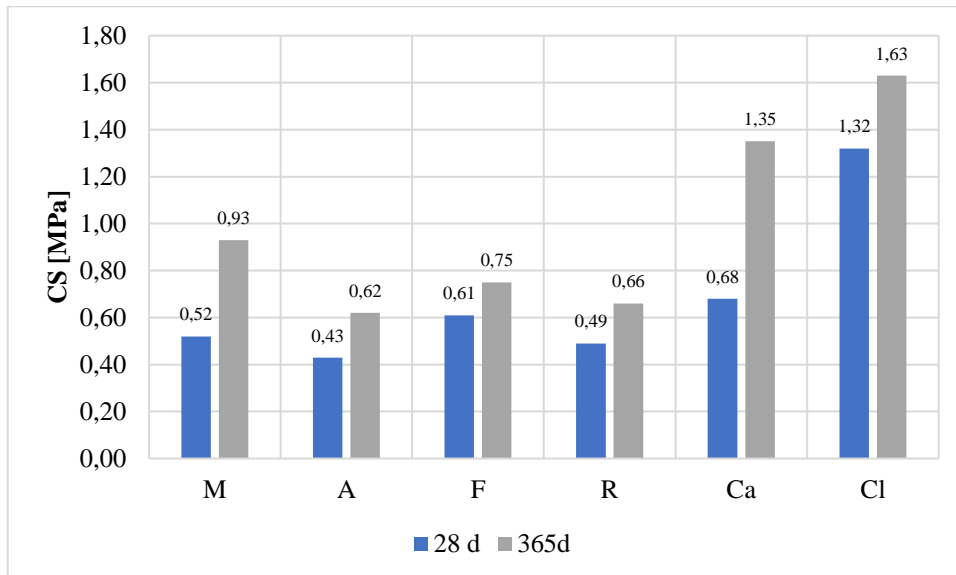


Figure 8 - Compressive strength values of prismatic mortar specimens

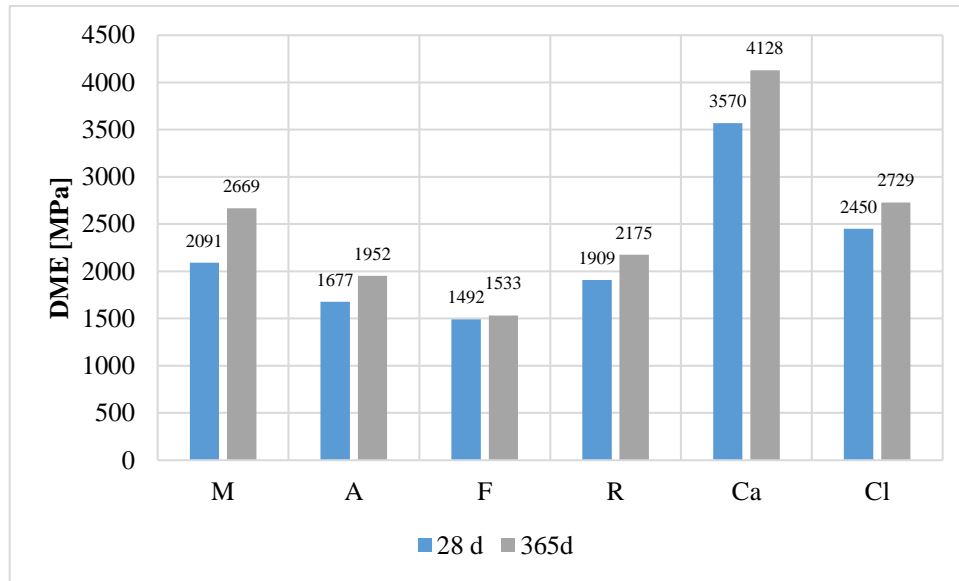


Figure 9 - Dynamic modulus of elasticity values of prismatic mortar specimens

Mortars M present a decreasing trend in flexural strength (FS) values with the curing time (Figure 6). This behavior could be probably associated with microcracking phenomena, to which the flexural strength is very sensitive [5, 39, 40]. In fact, the mortars observation at stereozoom microscope (Figure 7) reveal the presence of some microcracking, which is more pronounced since 90 days of curing time. Apart from M mortars, all Ca and Cl compositions show a rising trend with the curing time.

The compressive strength presents a positive trend with curing age. NHL mortars get mechanical strength in the first days of curing due to their hydraulic set, but the slower process of carbonation continues to develop. In some cases, as mortars M, A and F, the compressive strength from 90 to 365 curing days is about double. Belite, a common component in natural hydraulic lime mortars is present in all mixtures (Table 4) and also contributes to mortars strength al long time [17].

The mortars strength values are in the range of proper values used for conservation and restoration of ancient buildings [12] and according to recent studies using the same materials and proportions [25, 41]. Some studies [21, 19] present slightly higher strength values using NHL mortars, but with different mixtures using NHL with higher strength class or with pozzolanic additions.

Dynamic modulus of elasticity (DME) values presents a trend similar to CS, rising with curing age. These mortars have lower DME values compared with cementitious mortars. The tiles reattachment in old facades should be performed with mortars presenting relatively low stiffness, since these new repair mortars will go in contact with old lime mortars that have weaker mechanical characteristics and also they should be reversible [42, 12, 26].

3.4. Bond strength

As previously mentioned, this test was applied in 5 different ceramic tiles and *in situ*, in an old air mortar render, using the 6 NHL mortars. Figure 10 and 11 shows the BS of applications, respectively.

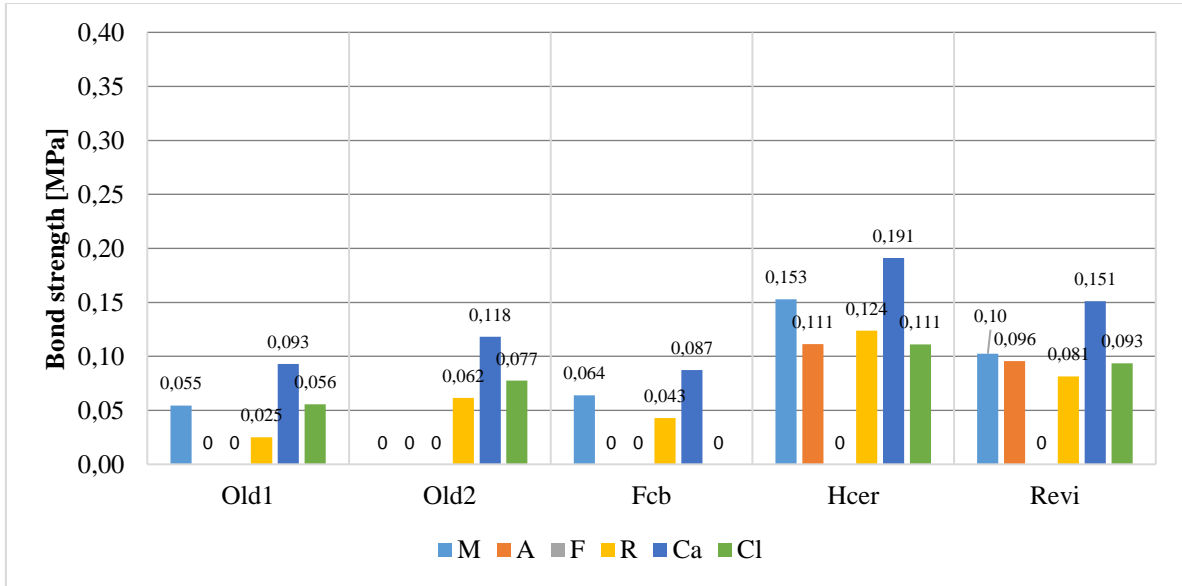


Figure 10 - BS of mortars applied on tiles after 90 days of curing

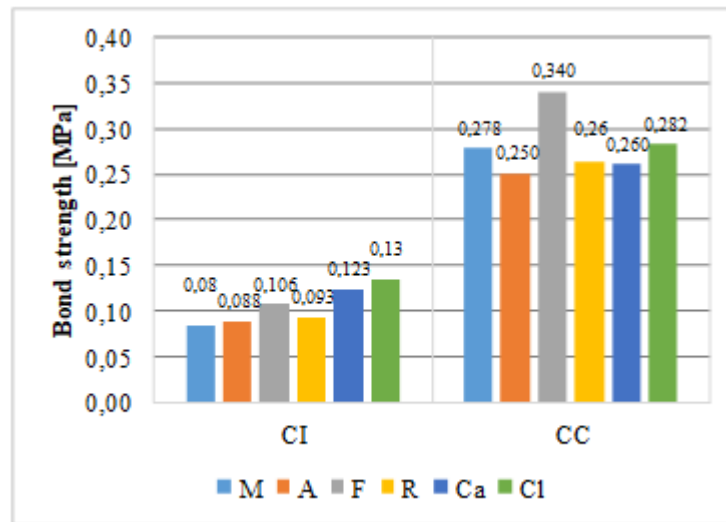


Figure 11 - BS of mortars applied *in situ* after 90 days of curing

Figure 11 shows that BS values are low, compared to the ones with cementitious mortars [25, 43]. Mortars for conservation and/or rehabilitation are not developed to reach the higher possible BS, they

need to be compatible and reversible with suitable BS for the works performed. As shown by figures 6, 8 and 9 the strength values are in an adequate range for compatibility and reversibility [12].

Saturated tiles condition was used following other studies [26, 37], using lime mortars, which indicate that not only the old masons used this technique supposedly to apply the tiles without joints, as the moistening of the ceramic part had positive results in adhesion. This moisture condition possibly influences negatively the adhesion of mortars to fired clay bricks, possibly due to their lower porosity [2].

The BS values with Old 1 tiles were low, possibly due to the method used to clean the old mortar from the tiles. The procedure carried out was rather aggressive and smoothed out the ceramic surface, reducing the porosity and surface roughness. In normal conditions, it is expected that the specimens would present higher BS values.

Mortars BS values obtained in Old 2 tiles are very interesting. These tiles present a ceramic body called “white paste”, and traditionally show poor adhesion to recent compatible mortars, based on air lime, and a poor degree of adhesion in real old tiled facades (evaluated by in-situ tests). The results obtained with the mortars using calibrated sands (M, A, F) showed null bond values, while the other 3 mortars present good results.

The BS values obtained with replicas and new tiles are considered good, which shows that this kind of mortars ensure a good adhesive behaviour in replicas application works. CI applications present as well adequate BS values; the obtained range of values guarantee good adhesion strength and reversibility in use and indicate that the NHL mortars developed are compatible with old renders [26]. Veiga et al [12] state that BS values between 0.1 MPa and 0.3 MPa are the indicated for 90 days adhesion strength of lime mortars to old renders. Also, CC applications have BS values with mostly a cohesive rupture, albeit some few tests had a mix rupture cohesive/adhesive with the old render. This rupture pattern indicates that these values are close to the cohesive rupture by the mortar. It is verified that, despite the strong cohesion, mortars present BS values that guarantee the compatibility with the old substrate.

The BS values obtained with NHL mortars prepared with siliceous sands (M, A and F) have different behaviour with the various ceramic specimens. Regarding F mortar, it doesn't promote adhesion to any type of tile, although it has good results in CC and CI applications. According to these results, it seems that NHL mortars made with fine siliceous sands should not be used for bonding ceramic specimens. This behaviour permits to conclude that, apart from the nature, particle size distribution also influences the BS results [5]. The behaviour of Mix sand confirms this conclusion, that apart from old 2 application where none siliceous sands present any adhesion, gives a reasonable BS values

in all tiles applications. The mortar prepared with the intermediate particle grain size siliceous sand, APAS30, had an intermediate behaviour; did not establish any bond to old tiles and Fcb specimens, but had a good behaviour with replicas and new tile applications, as well as *in situ* tests.

R mortar did not have adequate BS results with old tiles and Fcb specimens; results below 0.05 MPa are considered insufficient [44]; however, in the other applications adequate BS values were reached.

NHL mortar with calcareous aggregate presents the highest BS values, both in old, new tiles and replicas. This behaviour can be related to the better chemical affinity between the binder and the calcareous sand, which is very important to obtain good adhesion characteristics [45]. This affinity is demonstrated by the chemical analysis of components, table 1, where the CaO content is similar both in C sand and NHL. In this affinity situations, the binder/aggregate connection is higher [18] and it influences positively also the BS. The XRD analysis of C mortar, table 4, shows that the major component is calcite and the possible absence of belite indicates that the hydration reaction is faster than in the other mortars. This calcareous aggregate, combined with NHL 3.5 binder, could be a good solution to the reattachment of “white paste” tiles or tiles where the ceramic surface doesn’t promote good physical characteristics to adhesion.

Cl mortars present an overall satisfactory behaviour, despite the lack of adhesion to Fcb specimens. These mortars could be used for old tiles reattachment and replicas application, not compromising the adhesion to tiles and substrates. Clayish sands is a siliceous sand, but it was extracted from a natural sand deposit without washing. XRD analysis shows the presence of clay minerals mica and kaolinite that provide not only different colour and better consistency in fresh state, but a better adhesion strength capacity.

A comparative analysis between figure 11 and 12 and figures 6, 8 and 9, shows that a correlation exists between the bond and mechanical strengths of mortars. Ca and Cl mortars present the highest values in all mechanical parameters. Ca mortars have the highest bond and mechanical strengths due to a better interaction between the binder and the calcareous aggregate, forming a stronger bond in mortar matrix. DME higher values of Ca mortar mean that it is stiffer, but in an admissible range to use in conservation/restoration works, providing reversibility of their use. This characteristic doesn’t promote any negative conditioning to an adequate BS. M, A, F and R mortars had a similar behaviour in mechanical strengths but only R is considered suitable for old tiles reattachment and replicas application because it guarantees a sufficient BS.

4. Conclusions

The development of compatible mortars for old tiles reattachment and old tiles replicas application is urgent. This deserves new mortars with characteristics that do not change the mechanical and physical properties of the tiled facade and that remain reversible, but is also preponderant that they are adequate and effective in terms of bond, guaranteeing durability of the system.

The NHL mortars studied show that these kind of mixtures are mechanically compatible with old materials in in situ assessment. An adequate connection was obtained between these mortars and an old air mortar render, and the bond strength values guarantee the reversibility in use.

The mineralogical characteristics of the sands seem to have influenced the mechanical strengths of NHL mortars and consequently its bond strength. Apart from the grain size distribution, which is also important, sand mineralogy can be important in establishing a good connection in tile/mortar interface. It was concluded that the following characteristics were determinant in bond strength:

- Chemical affinity: calcareous sands have higher chemical affinity with NHL mortar. This affinity, can be related to the chemical composition of both materials, leading to a higher mechanical strength and a good bond strength between tiles and mortars;
- Clay minerals: sands with moderate clay content, namely mica (illite) and kaolinite, give better workability in fresh state and good mechanical strength in hardened state. Mortars with this components show also good bond strength to tiles;
- Siliceous sands: sands composed mostly by SiO_2 are less suitable to this kind of works, despite presenting mechanical characteristics compatible with the old masonry materials.

The Ca (calcareous sands) and Cl (siliceous-clayish sands) mortars show the best adhesive behaviour, providing an adequate solution for the reattachment of tiles bond strength. These mortars reach adequate bond strengths and are compatible with old and traditional materials, namely old air mortars, substrates and renders. In particular, they show adequate results of bond strength to “white paste” tiles, providing a good solution for the reattachment of those specific tiles, for which air lime mortars have shown a poor adhesion [1].

Acknowledgements

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles" (SFRH/BD/88890/2012) and DB-HERITAGE project (PTDC/EPH-PAT/4684/2014). They also acknowledge LNEC (National Laboratory for Civil Engineering) by the support to PRESERVE project and ACRA (Ovar), Lusal, Lena Agregados, Révigres and Cinca for providing materials for testing.

Funding sources

This work was supported by FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles" (SFRH/BD/88890/2012) and project DB-HERITAGE: Database of building materials with historical and heritage interest (PTDC/EPH-PAT/4684/2014).

References

- [1] R. M. Lawrence, T. J. Mays, S. P. Rigby, P. Walker and D. D'Ayala, "Effecte of Carbonation on the Pore Structure of Non-hydraulic Lime Mortars," *Cement and Concrete Research*, vol. 37, pp. 1059-1069, 2007.
- [2] S. M. Botas, R. Veiga and A. Velosa, "Adhesion of Air Lime-Based Mortars to Old Tiles: Moisture and Open Porosity Influence in Tile/Mortar Interfaces," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 27, pp. 04014161-1-8, Vol 27 May 2015.
- [3] S. Botas, R. Veiga and A. Velosa, "Reapplication mortars for old tiles: characteristics of tiles and mortars and selection criteria," *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 8, pp. 124-139, 2014.
- [4] P. Maravelaki-Kalaitzaki, A. Bakolas and A. Moropolou, "Physico-chemical study of Cretan ancient mortars," *Cement and Concrete Research*, vol. 33, pp. 651-661, 2003.
- [5] A. Kalagri, I. Karatasios and V. Kilikoglou, "The effect of aggregate size and type of binder on microstructure and mechanical properties of NHL mortars," *Construction and Building materials*, vol. 53, pp. 467-474, 2014.
- [6] A. Velosa, J. Coroado, M. R. Veiga and F. Rocha, "Characterization of roman mortars from Conímbriga with respect to the repair," *Materials characterization*, vol. 58, no. 11-12, pp. 1208-1216, 2007.
- [7] Woo Sung Yum, Yeonung Jeong, Seyoon Yoon, Dongho Jeon, Yubin Jun, Jae Eun Oh, "Effects of CaCl₂ on hydration and properties of lime(CaO)-activated slag/fly ash binder", *Cement and Concrete Composites*, Vol. 84, pp. 111-123, 2017.

- [8] K. Callebaut, J. Elsen, K. V. Balen and W. Viaene, "Nineteenth century hydraulic restoration mortars in Saint Michael's Church (Leuven, Belgium): Natural hydraulic lime or cement?," *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 397-403, 2001.
- [9] S. M.-. Ramírez, F. Puertas and M. T. B. Varela, "Carbonation process and properties of a new lime mortar with added sepiolite," *Cement and Concrete Research*, vol. 25, pp. 39-50, 1995.
- [10] A. El-Turki, R. J. Ball, M. A. Carter, M. A. Wilson, C. Ince and G. C. Allen, "Effect of dewatering on the strength of lime and cement mortars," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 93, pp. 2074-2081, 2010.
- [11] P. Maravelaki-Kalaitzaki, A. Bakolas, I. Karatasios and V. Kilikoglou, "Hydraulic lime mortars for the restoration of historical masonry in Crete," *Cement and Concrete Research*, vol. 35, pp. 1577-1586, 2005.
- [12] M. d. R. Veiga, A. Fragata, A. L. Velosa, A. C. Magalhães and G. Margalha, "Lime-based mortars: Viability for use as substitution renders in historical buildings," *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 4, pp. 177-195, 2010.
- [13] A. Moropoulou, A. Bakolas, P. Moundoulas, E. Aggelakopoulou, S. Anagnostopoulou, "Strength development and lime reaction in mortars for repairing historic masonries", *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, pp. 289-294, 2005.
- [14] A. Gameiro, A. Santos Silva, P. Faria, J. Grilo, T. Branco, R. Veiga, A. Velosa, "Physical and chemical assessment of lime–metakaolin mortars: Influence of binder:aggregate ratio", *Cement and Concrete Composites*, vol. 45, pp. 264-271, 2014.
- [15] Andreas Leemann, Peter Nygaard, Josef Kaufmann, Roman Loser, "Relation between carbonation resistance, mix design and exposure of mortar and concrete", *Cement and Concrete Composites*, vol. 62, pp. 33-43, 2015.
- [16] B. A. Silva, A. P. F. Pinto and A. Gomes, "Influence of natural hydraulic lime content on the properties of aerial lime-based mortars," *Construction and Building Materials*, vol. 72, pp. 208-218, 2014.
- [17] J. Válek, E. v. Halem, A. Viani, M. Pérez-Estébanez, R. Sevcik and P. Sasek, "Determination of optimal burning temperature ranges for production of natural hydraulic lime," *Construction and Building Materials*, vol. 66, pp. 771-780, 2014.
- [18] J. Lanás, J. L. P. Bernal, M. A. Bello and J. I. A. Galindo, "Mechanical properties of natural hydraulic lime-based mortars," *Cement and Concrete Research*, vol. 34, pp. 2191-2201, 2004.

- [19] J. Grilo, P. Faria, R. Veiga, A. S. Silva and A. Velosa, "New natural hydraulic mortars - Physical and microstructural properties in different curing conditions," *Construction and Building Materials*, vol. 54, pp. 378-384, 2014.
- [20] CEN, *Building lime: Part 1: Definitions, specifications and conformity criteria.*, Brussels: EN 459-1:2010, 2010.
- [21] J. Grilo, A. Santos Silva, P. Faria, A. Gameiro, R. Veiga and A. Velosa, "Mechanical and mineralogical properties of natural hydraulic lime-metakaolin mortars in different curing conditions," *Construction and Building Materials*, pp. 51:287-294, 2014.
- [22] CEN, "Adhesives for tiles - Requirements, evaluation of conformity, classification and designation," Brussels, 2012.
- [23] R. Hanley and S. Pavía, "A study of the workability of natural hydraulic lime mortars and its influence on strength," *Materials and Structures*, vol. 41, pp. 373-381, 2008.
- [24] S. Pavía and R. Hanley, "Flexural bond strength of natural hydraulic lime mortar and clay brick," *Materials and structures*, vol. 43, pp. 913-922, 2010.
- [25] S. Barr, W. J. McCarter and B. Suryanto, "Bond-Strength Performance of Hydraulic Lime and Natural Cement Mortared Sandstone Masonry," *Construction and Building Materials*, vol. 84, pp. 128-135, 2015.
- [26] S. Botas, R. Veiga and A. Velosa, "Air lime mortars for conservation of historic tiles: Bond strength of new mortars to old tiles," *Construction and building materials*, vol. 145, pp. 426-434, 2017.
- [27] A. Baldan, "Adhesion phenomena in bounded joints," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, no. 38, pp. 95-116, 2012.
- [28] M. P. Seabra, J. A. Labrincha and V. M. Ferreira, "Rheological Behaviour of Hydraulic Lime-based Mortars," *Journal of the European Ceramic Society*, pp. (27):1735-1741, 2007.
- [29] S. Pavía and B. Toomey, "Influence of the Aggregate Quality on the Physical Properties of Natural Feebly-hydraulic Lime Mortars," *Materials and Structures*, pp. (41):559-569, 2008.
- [30] M. Costa, P. Cachim, J. Coroado and A. L. Velosa, "Technical replicas of Portuguese ceramic tile bodies produced in the Oporto region in the late nineteenth to early twentieth centuries," *Studies in Conservation* , vol. 61, no. 2, pp. 63-73, 2016.

- [31] CEN, “Methods of test for mortar for masonry. Part 2: Bulk sampling of mortars and preparation of test mortars,” EN 1015-2:1998/A1:2006, Brussels, 2006.
- [32] CEN, “Methods of test for mortar for masonry. Part 3: Determination of consistency of fresh mortar (by flow table),” EN 1015-3:1999/A2:2006, Brussels, 2006.
- [33] CEN, “Methods of test for mortars for masonry. Part 11: Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar,” EN 1015-11:1999/A1:2006, Brussels, 2006.
- [34] A. S. Silva, P. Adriano, A. Magalhães, J. Pires, A. Carvalho, A. J. Cruz, J. Mirão and A. Candeias, “Characterisation of historical mortars from Alentejo's religious buildings,” *International Journal of Architectural Heritage*, vol. 4, no. 2, pp. 138-154, 2010.
- [35] CEN, “Natural stone test methods. Determination of the dynamic modulus of elasticity (by measuring the fundamental resonance frequency),” EN 14146:2004, Brussels, 2004.
- [36] CEN, “Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates,” in EN 1015-12:2016, 2016.
- [37] S. Botas, R. Veiga and A. Velosa, “Bond strength in mortar/ceramic tile interface—testing procedure and adequacy evaluation,” *Materials and structures*, Vols. DOI: 10.1617/s11527-017-1086-7, Accepted for publication.
- [38] M. R. Veiga, A. Velosa and A. Magalhães, “Experimental applications for mortars with pozzolanic additions: Characterization and performance evaluation,” *Construction and Building Materials*, vol. 23, pp. 318-327, 2009.
- [39] Y.-W.Mai and B.Cotterell, “Porosity and mechanical properties of cement mortar,” *Cement and Concrete Research*, vol. 15, no. 6, pp. 995-1002, 1985.
- [40] C. Farinha, J. d. Brito and M. R. Veiga, “Incorporation of fine sanitary ware aggregates in coating mortars,” *Construction and Building Materials*, vol. 83, pp. 194-206, 2015.
- [41] Z. Zhou, P. Walker and D. D'yala, “Strength characteristics of hydraulic lime mortared brickwork,” *Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Construction Materials*, vol. 161, no. 4, pp. 913-922, 2008.
- [42] N. Bianco, A. Calia, G. Denotarpietro and P. Negro, “Hydraulic mortar and problems related to the suitability for restoration,” *Periodico di Mineralogia*, vol. 83, no. 3, pp. 529-542, 2013.

- [43] H. O. Sugo, A. W. Page and S. J. Lawrence, "Characterization and Bond Strengths of Mortars with Clay Masonry Units," in 11th International brick/block masonry conference, Shanghai, 1997.
- [44] S. Botas, R. Veiga and A. Velosa, "Argamassas para (re)assentamento de azulejos antigos - Um passo para a normalização," *Pedra & Cal*, pp. 42-45, 2016.
- [45] M. Yates, M. A. Martin-Luego, J. Cornejo and V. Gonzalez, "The Importance of the Porosity of Mortars, Tiles, and Bricks in Relation to Their Bonding Strengths," *Studies in Surface Science and Catalysis*, pp. 781-790, 1994.

13. Durability of mortars for old tiled facades – Compatibility, diagnosis and accelerated aging

Artigo submetido em revista internacional: Botas, S., Veiga, R. & Velosa. “Durability of mortars for old tiled facades – Compatibility, diagnosis and accelerated aging”.

Abstract

The use of compatible, reversible and durable materials on old tile facades is very important in order to maintain their authenticity. Mortars provide adhesion of the tiles to the substrate and their study and development is very important to fill some gaps in the old tiled facades needing maintenance. This work studies the porous and mechanical characteristics of laboratorial developed mortars, and adhesive characteristics of lime mortars, air and natural hydraulic, in laboratory environment, natural and accelerated curing conditions. The system substrate/mortar/tile was evaluated in their bond strength performance in natural atmospheric conditions and subjected to accelerated curing cycles of Sun/rain and rain/freeze. The air lime mortars are suitable for reattachment of old tiles and application of replicas; they provide adequate adhesion and good mechanical strength to the imposed climatic and aggressive actions. Infrared Thermography (IRT) technique was used with the objective of anomalies’ detection in facades by its different behaviour towards heat transfer with good results.

Keywords: Lime mortars, bond strength, old tiled facades, *in situ* tests, durability, compatibility, IRT.

1. Introduction

Portuguese old glazed tiled facades are a valuable heritage testimony of social, architectural, material and historical evolution of society, and their conservation is of utmost importance towards the preservation of a specific heritage.

The use of tiles in Portugal is widespread in the most varied forms, such as illustrative panels and architectural skirting, but the largest extension of this heritage is in exterior facades. A large part of the exterior tiled facades comprises tiles from the 19th century, with the industrialization of tile production. The decrease of the material price widespread their use throughout the country and also in the colonies and ex-colonies, such as Brazil. In Portugal, the cities of Lisbon, Oporto and Ovar have a great number of exterior glazed tiled facades from that period. Ovar is considered the “tile city museum” due to the extensive use and diversity of this cladding material (1).

The old tile facades, and consequently the materials used in the cladding system present good durability, since many of them remain in good conservation conditions with minimal maintenance. Nevertheless, many exterior tiled facades are becoming damaged due to lack of maintenance, improper installation of services (fig.1), deterioration of the body of the tile (fig.2) or loss of the adhesive function of the mortars (fig. 3).



Figure 1 – Improper installation of services in old tiled facade



Figure 2 – Tile with ceramic and glazed parts damaged



Figure 3 - Loss of the adhesive function of the mortars

The porous structure of the materials, tiles and mortars, has a great influence on the water absorption/release behaviours. The pore size of the materials influences the rate of absorption of the mortar constituents. The open porosity is a continuous porous network in which the larger pores contact each other through the smaller pores.

The need for knowledge about the materials of old glazed tiled facades becomes urgent for an appropriate and timely intervention (2). In some cases, it is impossible to replace the original tiles on the facades because they are already degraded or have disappeared due to detachment and consequent loss. In these cases, it becomes necessary to use replicas. Replicas should present similar physical characteristics to original tiles so that the facade continues to function as a whole, without discrepancies. Nowadays, the replicas used in current works present an identical ceramic part to the contemporary tiles and have different water absorption and thermal and water expansion characteristics than originals (3), but provide satisfactory bond strength values with compatible mortars (4).

Nowadays, some old tiled facades present mortars that have already lost the preponderant characteristics for their function, namely cohesion and adhesion, leading to the loss of adhesion and detachment from the facade. The application of old tiles and replicas should comply with the principles of compatibility with existing materials. New compatible mortars should be physical, chemical and mechanically compatible with existing materials (6). The new mortars should provide adequate adhesion to tile and substrate. According to some authors, the adhesion between materials is fundamental and is one of the greatest weaknesses of masonry structures (7).

The mortars used in the nineteenth century masonries were air lime and sand mortars with binder/aggregate volumetric ratio between 1:2 and 1:3 (9; 10). Most mortar mixtures had some very coarse grains and all the materials used were from the surrounding areas.

The reattachment of old tiles with Portland cement mortars is completely inadequate because these mortars are physically and chemically incompatible with the old materials causing anomalies and accelerate old materials' degradation process and promote anomalies such as cracks in the tiles, degradation of the glaze, introduction of soluble salts (11) and change of water percolation kinetics of the wall. These mortars have a shorter lifetime than air binder compositions and develop excessive adhesion, compromising reversibility of interventions.

The physical and chemical characteristics of mortars depend on their constituents (12, 13, 14). The bibliography is consensual that the new mortars should have physical, chemical and mechanical characteristics similar to the old ones (15). Adhesion phenomena between tiles and air lime mortars is essentially physical; fine materials of mortar, transported by water, penetrate in interfacial porosity of tile, and the connection starts to develop with carbonation of binder.

The laboratory tests are very important, giving indications of materials behaviour; however, most of the laboratory tests are not executed in conditions similar to those of real cases, namely: geometry of the test pieces, simulation of actions and adaptation of normalization of other materials. Veiga et al. (16) reveal that *in situ* tests are very important for improving the establishment of better behavioural criteria for materials' applications.

Infrared thermography (IRT) is a non-destructive technique (NDT) and non-contact testing method that is currently used as a building inspection method to analyse the existence of thermal bridges, lack of thermal insulation, air infiltrations/exfiltrations or presence of moisture or anomalies in elements. Although at the moment no standards cover its use on tiling systems' inspections, some studies already made on this subject (17; 18; 19) confirms that IRT is a promising technique.

The objective of this work is the study of the durability and compatibility of mortars to old tiles in reattachment procedures and in the application of replicas in old glazed tiled facades with lacunae. Laboratory tests were performed on 6 different mortar compositions, varying the binder and aggregate. Old and new tiles and old tiles replicas were applied with the referred mortars on exterior and interior walls subjected to natural atmospheric and accelerated aging conditions, respectively. Infrared thermographic inspections, surface hardness tests and bond strength tests were performed to all tiles. 306 pull-off tests were performed.

2. Experimental part

Six mortar compositions were developed for tiles application. The mortars were characterized in the laboratory concerning: water absorption by capillarity, open porosity, mechanical strength and

dynamic modulus of elasticity. The same mortar compositions were used to apply 8 types of tiles on two walls:

1) Exterior Wall – Model of an old masonry wall purposely constructed for the study constituted by basalt stone and air lime mortar with washed river sand, according to the ancient techniques of stone masonry construction. Before the application of mortars and tiles, the wall had 1 year of curing time in natural exposure conditions of Lisbon city.

2) Interior Wall - Interior masonry wall made of calcareous stone and air lime mortar according to the traditional techniques of pebble stone masonry construction. Mortars and tiles were applied and 90 days later, a climatic chamber was coupled to the wall and the accelerated curing cycles according Table 3 were performed.

IRT was used as a non-intrusive diagnostic technique on the walls.

2.1. Materials

2.1.1. Mortars

Mortars were prepared with two different binders: hydrated air lime (Lusical H100), classified as CL 90-S according to EN 459-1:2010 (CEN2010 2010) with 1:2 volumetric binder/aggregate (b/a) ratio; hydraulic lime mortar NHL 3,5 (CEN2010 2010) with 1:3 volumetric b/a ratio. A commercial metakaolin - Argical - M1200S from Imerys was used. Three different sands were used:

- 1) River sand: washed river sand (Lena agregados);
- 2) Calcareous sand: from Portuguese Sesimbra region;
- 3) Clay sand: extracted from an old closed clay sand deposit in Ovar city. This clay deposit was used for mortar formulations used in old exterior tiled facades.

A pre-dosed mortar, based on air lime (according to the manufacturer) specifically prepared for reattachment of old tiles was also used. Table 1 and fig. 4 present the mortar constituents and particle size distribution of sands, respectively.

Table 1 - Mortars constituents

Mortars identification	Binder	Aggregate	Additions	Binder/aggregate ratio	Water/binder in laboratorial specimens	Water/binder in walls application

CAR	Air lime	River sand	-	1:2	1,90	1,72
CAC	Air lime	Calcareous sand	-	1:2	2,03	1,88
CAS	Air lime	Clay sand	-	1:2	2,42	2,17
CHR	NHL 3,5	River sand	-	1:3	1,31	1,19
CARMK	Air lime	River sand	Metakaolin	1:2	2,09	1,71
PD	Air binder*	Not specified	Not specified	Not specified	Not specified	Not specified

*- Information in technical sheet.

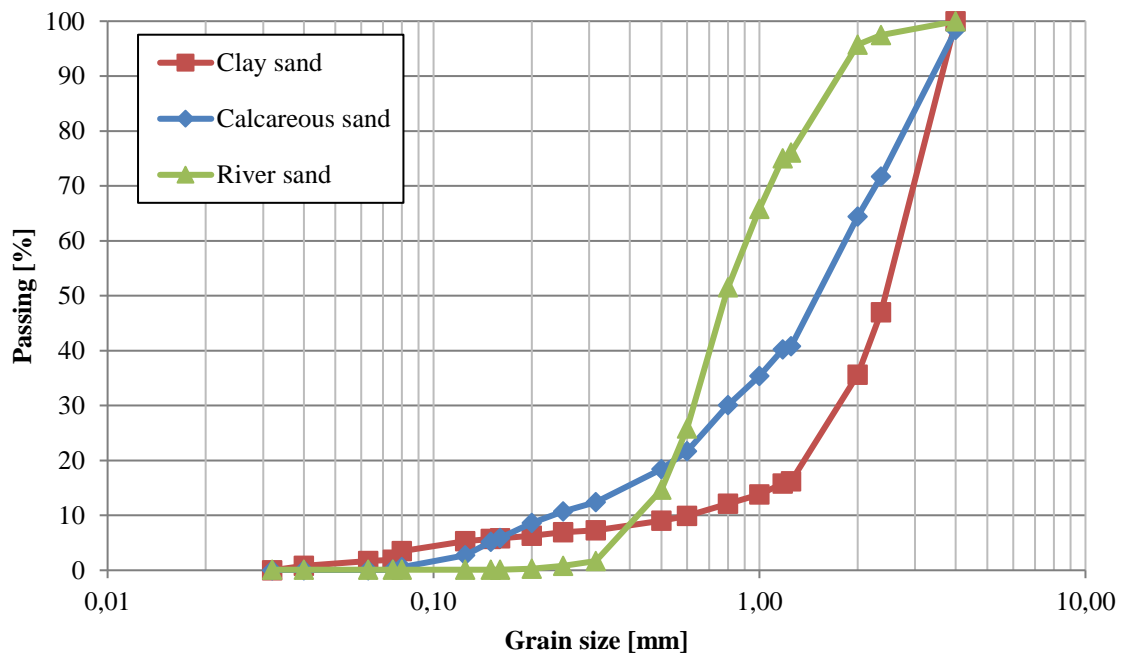









Figure 4 - Particle size distribution of sands


2.1.2. Tiles

8 different tile types were used in wall applications, Table 2. The old tiles have already been on external facades. Old 1, Old 3 and Old 4 have a common ceramic part found in the majority of Portuguese exterior facades, constituted by kaolinite clays, quartz, talk and calcite. Old 2 is called

“white paste” because its white colour and its ceramic part only constituted by kaolin and quartz (3). Old tiles replicas are contemporary tiles with the old patterns in the glaze part. 2 contemporary tiles used in buildings were also applied.

Table 2 - Tiles identification

	Identification	Factory	Tile body	Picture
Old tiles	Old1	AAcosta-Devesas	Ceramic	
	Old2	Sacavém	White paste	
	Old3	Unknown	Ceramic	
	Old4	Unknown	Ceramic	
Replica tiles	R1	Azupal	Ceramic	
	R2	Hcer	Ceramic	
New	New1	Revigres	Ceramic	

	New2	Revigres	Porcelanic	
--	------	----------	------------	---

2.2. Methods

2.2.1. Laboratorial

Mortars were characterized in terms of water behaviour and mechanical strength, using mortar test specimens (40x40x160 mm), according to EN 1015-11:1999 (21). All specimens were kept in controlled conditions of 20° C and 65% relative humidity until curing age of 365 days. Mortar mixtures contain an amount of water to reach an adequate fluid consistency for this type of applications, corresponding to 160 mm in flow table test (22).

Mechanical properties were evaluated by the three points bending flexural strength test and by a common compressive strength procedure in a universal force machine (ETI-HM-S with a 2 kN cell) according to EN 1015-11:1999 (23). It were tested 18 specimens.

The dynamic modulus of elasticity was determined by the method of frequency of resonance, following EN 14146 standard (24) with ZRM 2005 equipment. The dynamic modulus of elasticity results of measuring the resonance frequency derivate of longitudinal vibration of the samples. It were tested 18 specimens.

Capillary absorption of mortars was determined according to EN 1015-18: 2002 (25) procedure. This test allows calculating the value of the capillarity coefficient and the asymptotic value of capillary absorption that is approximately the saturation value of the sample. The capillarity coefficient was calculated according to the rate variation of the curve in the first 5 minutes (initial absorption). It were tested 18 specimens.

The open porosity of mortars was determined according to EN 1936:1999 and RILEM PEM 25 (26, 27). Open porosity method is performed by hydrostatic weighing after low pressure immersion of dry, immersed and water-saturated samples. It were tested 18 pieces left from the compression tests.

2.2.2. *In situ*

2.2.2.1. Exterior wall

The exterior Wall was built according traditional techniques of stone masonry construction: layered construction, simple air lime mortar, and good interaction of stones resulting in a mechanically resistant structure. Basaltic stone and air lime mortar with the same composition of CAR were used. The wall was built by 2 masons in 3 weeks and had 1630 x 1730 mm dimensions. After 365 curing days, 3 specimens of each tile per mortar mix were applied on the wall. It were applied 144 tiles in exterior wall. CAR mortar was applied in both North and South facades to evaluate if the orientation had some influence in bond strength results, resulting that the mortar CARMK couldn't be applied for lack of space in the wall. Mortars were applied using manual pressure of masons in glaze part and finalizing with some rubber hammer beats. Tiles were applied after 24 hours of water immersion in order to expand. An IRT inspection was made before bond strength test to evaluate the state of connection between mortars and tiles. Figure 5 shows the exterior wall before tiles applications and figure 10 presents the same facade with tiles.



Figure 5 - Exterior wall before tile applications (South facade)

2.2.2.2. Interior wall

The interior wall is an existent structure inside the laboratory building which is used for several studies. The wall is also in stone masonry and air lime mortar. The irregularity of the wall implied the use of a regularization layer with mortar CA1: 2R. The tiles were applied with all studied mortar compositions with the same technique of external application. It were applied 144 tiles in interior wall. After 90 days of curing, the climatic chamber ARALAB FITOCLIMA 10000 ELC was coupled to the wall to perform the accelerated curing cycles. Table 3 shows the climatic chamber cycles.

Table 3 – Accelerated curing cycles performed by climatic chamber

1 st stage	Action	Sun	Rain	Atmosphere temperature	Cycles
	Temperature	40° C	20° C	20° C	10x
	Duration	4h	4h	16h	10days
2 nd stage	Action	Rain	Freeze	Atmosphere temperature	
	Temperature	20° C	-10° C	20° C	10x
	Duration	4h	4h	4h	5 days

Sun influence simulation was performed by convection to reach a uniform distribution of temperature along the wall area. Rain was simulated by some sprinklers that cover the entire area of the wall with 1dm³/min of sprinkling, figure 6. The finish of 1st and beginning of 2nd stages had one week of delay in order to follow the drying rate by thermographic analysis.



Figure 6 - Interior of climatic chamber during rain simulation cycles

2.3 Testing techniques

2.3.1 Durometer

Superficial hardness was determined with a durometer shore A according to ASTM D2240-15 (28). This test method is based on the penetration of a pin pressed into the material. Mortar surface hardness is inversely related to the penetration. Measurements were repeated up to 3 times in 3 different spots of each mortar application along their high in parts where the mortar is exposed.

2.3.2 Infrared Thermography

IRT was used in the exterior wall before the bond strength test and in the interior wall in three different phases: before, in the middle and after the two cycles simulation to compare the evolution of materials behavior. IRT technique consists in measuring the thermal radiation from a surface and transforming it into electrical signals which are equivalent to temperatures and are then displayed in the form of a thermal image (thermogram) in which different colours correspond to different temperatures, according to a defined scale.

The principle behind anomalies' detection in building facades with IRT is that anomalous areas will have a different behaviour towards heat transfer, creating superficial thermal differentials that are visible with infrared thermography equipment (17).

So, in order to identify an anomaly the imposition of thermal variations to the target in study is usually a necessity. In this study, heat flux imposed on studied walls was due to the incident solar radiation (exterior wall) and the use of the climatic chamber (interior wall).

2.3.3 Bond strength

Bond strength tests were performed after the curing times of the walls: exterior – 365 days of Lisbon atmospheric conditions; interior: - after accelerated curing cycles.

Bond strength test was performed according to EN 1015-12:2016 (CEN2016 2016) with some adaptations to the geometry of specimens and test conditions. Before the test, all the material of the joints was removed so as not to influence the results. A metal plate (140x140mm) was glued in to the glazed surface of the tile and the pull-off equipment was attached to the plate. The tests were performed in vertical wall, Figure 7.



Figure 7 - Metal plates glued in tile glaze.

3. Results and discussion

3.1 Porosity

Table 4 – Open porosity and water absorption of mortars

Mortars	Open porosity (%)	Capillarity coefficient (kg/m ² . min ^{0.5})	Asymptotic value of capillary absorption (kg/m ²)
CAR	29.29 ± 1.09	3.16 ± 0.06	39.43 ± 0.12
CAC	28.63 ± 0.32	3.78 ± 0.14	39.21 ± 0.32
CAS	30.00 ± 0.71	2.95 ± 0.14	41.85 ± 0.31
CHR	26.42 ± 0.31	3.13 ± 0.16	39.91 ± 0.21
CARMK	31.15 ± 0.44	3.38 ± 0.18	49.29 ± 0.41
PD	27.88 ± 0.43	2.27 ± 0.10	42.12 ± 0.33

Open porosity values of air lime mortars are generally higher than those of cement mortars (30) like indicated in table 4. In air lime mortars (CAR, CAC, CAS and CARMK) there is a direct

correspondence between open porosity and the asymptotic value of capillary absorption because a higher open porosity leads to a higher water absorption by mortars. CHR mortar had similar asymptotic value but a lower value of open porosity. Capillary coefficient is related to the pores size, higher values correspond to higher quantity of pores with a larger diameter. The values of capillary coefficient are very similar in all cases with the exception of PD mortar, for which the lower value indicates a lower quantity of pores with a larger diameter. PD mortars present a distinct behaviour, despite a similar value of open porosity, asymptotic value is the highest value regarding all compositions. Pre-dosed mortars generally had some admixtures to proportion specific characteristics that change the porous structure, probably has pores above the capillary range, which do not influence capillary absorption but appear in the open porosity, therefore influencing their behaviour in terms of both water percolation and mechanical strength (31).

3.2. Mechanical strength

Table 5 - Mortars mechanical strength

Mortars	Flexural strength (MPa)	Compressive strength (MPa)	Dynamic modulus of elasticity (MPa)
CAR	0.21 ± 0.01	0.77 ± 0.07	2300 ± 34.32
CAC	0.23 ± 0.02	0.74 ± 0.07	2455 ± 41.63
CAS	0.20 ± 0.01	0.90 ± 0.07	1682 ± 31.30
CHR	0.33 ± 0.02	0.66 ± 0.04	2175 ± 44.68
CARMK	0.32 ± 0.02	1.17 ± 0.08	1610 ± 100.23
PD	0.39 ± 0.02	1.89 ± 0.08	3651 ± 40.12

Table 5 shows that all mechanical strength values are in a suitable range for this kind of conservation works, considering compatibility reasons (32). These values are very low comparing to cementitious mortars (33; 34; 35) but are adequate and guarantee not only compatibility with old mortars and substrate but also reversibility and durability in the long term. In cementitious mortars, the trend of mechanical values is inversely proportional to open porosity characteristics (36). In the case of air

lime mortars this trend could not be verified, as CAR, CAC and CAS values show that higher porosity mortars have higher mechanical strength. This phenomenon occurs because air lime mortars harden by carbonation. A higher open porosity facilitates the entry and circulation of carbon dioxide inside the mortar and permits a faster transformation of calcium hydroxide into calcium carbonate. CAR, CAC and CAS present identical mechanical strengths, being that CAS had an improved compressive strength, indicating that clay particles present in sand composition improve this mechanical characteristic. It was expected that CHR, being a NHL 3.5 mortar, presented higher mechanical values than air lime mortars, but that was not the case. However it should be noticed that the CHR has a lower proportion of binder than the air lime mortars, fact that can justify the lower compressive strength. CARMK presents interesting mechanical values, slightly higher than mortars without metakaolin. PD mortar shows the highest mechanical values of all compositions verifying the trend evidenced in section 3.1. Dynamic modulus of elasticity (DME) values are in a suitable range for this kind of intervention (32). CAS and CARMK present lower DME values, probably due to microcracking that was verified in specimens (37). This microcracking affected DME but didn't have great influence in flexural and compressive strength.

3.3. Durometer

Table 6 - Surface hardness by Shore A durometer

Mortars		Exterior wall	Interior wall	
			Before cycles	After cycles
CAR	North facade	73	61	71
	South facade	72		
CAC		82	71	76
CAS		82	94	94
CHR		72	61	76
CARMK		-	71	65
PD		70	73	78

Durometer measures the resistance to penetration of a pin pressed against the mortar. Shore A durometer is suitable to test soft materials and is usually used for lime mortars testing. This test aims

to assess the differences of surface hardness between interior and exterior applications, and primarily, the difference of surface hardness of interior mortars before and after accelerated curing cycles.

Table 6 doesn't show a visible trend between the indoor and outdoor values. CAS is the mortar that presents the highest values of surface hardness, probably due to the finishing technique in which a smooth sponge that pulled the fines of the mortar to the surface was used. Mortar composition, and the existence of clay particles in sand, could exponentiate this behaviour. The surprising trend was verified on interior applications. All mortar compositions present a higher surface hardness after aging cycles. Despite the severity of the actions induced on the wall, the surface hardness increased after the cycles. This trend shows that air lime mortars present a great resistance not only in the long term and in atmospheric conditions but improve their surface hardness by accelerating their curing time.

3.4. Infrared Thermography

Thermographic technique was used to detect possible detached tiles. All images were analysed using FLIR Tools + software and then a correlation between walls characteristics and the thermograms was made. In thermographic analysis, it was not detected any evidence of detachment of tiles both at indoor and outdoor applications. This result is very important especially in the laboratory applications after aging cycles, because it means that after aggressive climatic actions in a short period, the tiles had the ability to protect the mortar and its mechanical and adhesive characteristics, even when these characteristics have not yet reached their maximum values (air lime mortars). Figure 8 and 10 show interior and exterior (south) facades and figures 9 and 11-13 present thermograms showing that there is no evidence of detached tiles.



Figure 8 - Interior wall after accelerated curing cycles

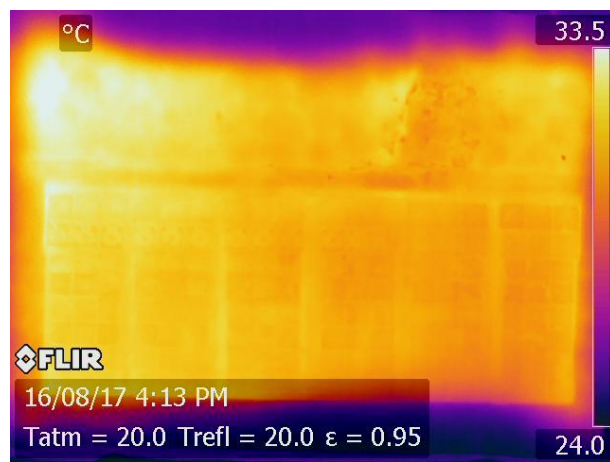


Figure 9 – Thermogram of interior wall after accelerated curing cycles



Figure 10 -Exterior wall (south) after 365 curing time days

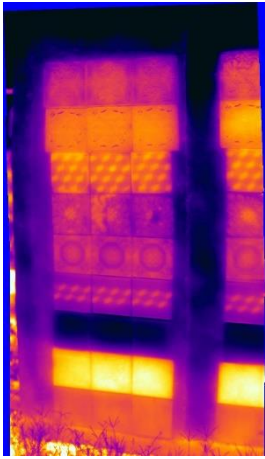


Figure 11 – Thermogram of CAR mortar in exterior application (south)

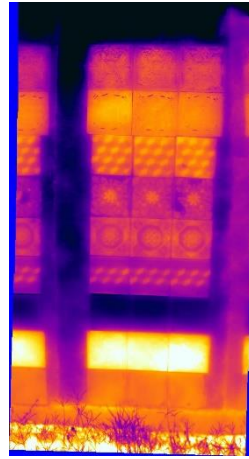


Figure 12 – Thermogram of CAC mortar in exterior application (south)

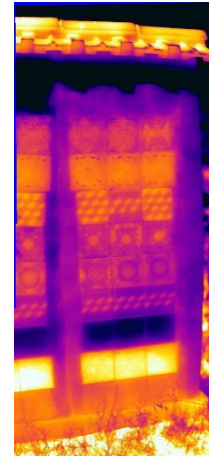


Figure 13 – Thermogram of CAS mortar in exterior application (south)

3.1. Bond strength

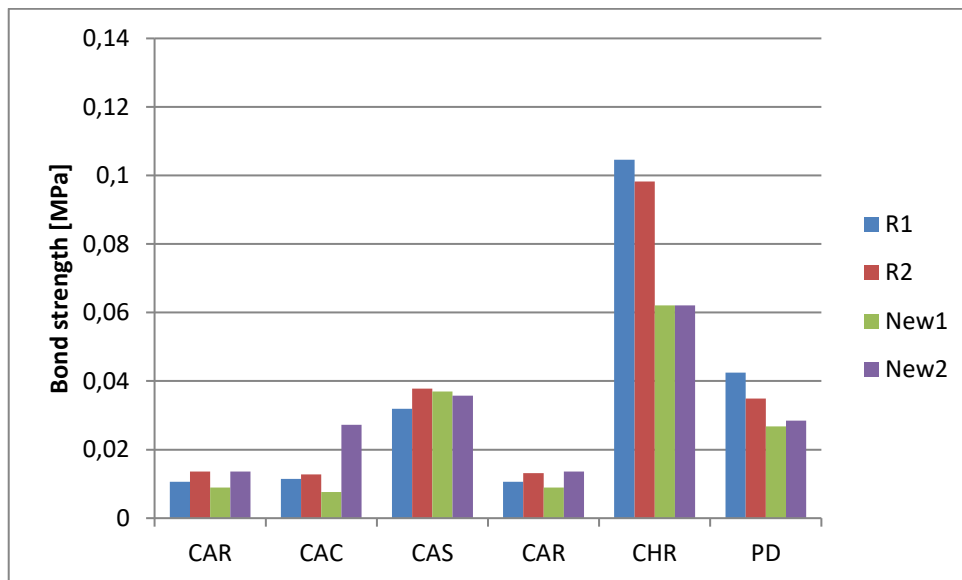


Figure 14 - Bond strength of new tiles on exterior wall

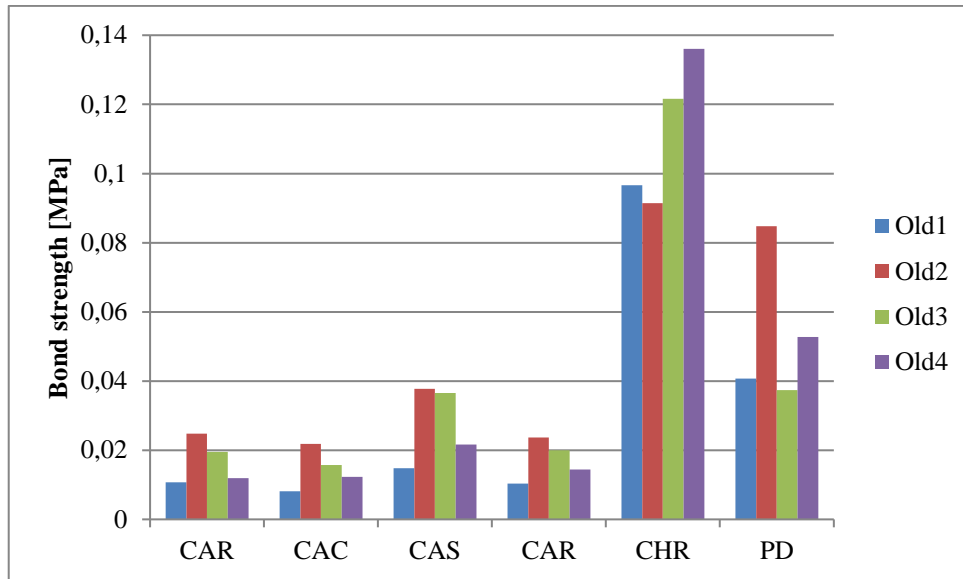


Figure 15 - Bond strength of old tiles on exterior wall

Figures 14 and 15 show the bond strength values of tiles in exterior wall applications. In general, the values of new and old tiles are in the same range, showing that there are no great differences in bond values between new and old tiles ceramic part. New tiles and replicas present lower variation of values within the same composition of mortar, which is explained by two reasons: 1) similarity and uniformity of porous structure; 2) variability of old tiles' porous structure and the fact that they were already on the facade and some interface porosity is filled. CHR applications present the highest bond strength values, showing that the hydraulic component promotes a faster hardening and consequent bond. These mortars present bond strength values always higher than 0.06 MPa and in old 3 and old 4 tiles, above 0.12 MPa. PD and CAS mortars show interesting values. These mortars, despite some differences in values in old tiles applications, present an acceptable range of values at this curing time. CAR mortar was used in two facades (north – first results and south – second results) to confirm that orientation did not influence values, and the similarity of values obtained confirms that exposure was not a variation factor. The repetition of CAR mortar led to the exclusion of the CARMK composition due to lack of space in exterior wall.

Figures 16 and 17 didn't show significant differences in bond strength values between new tiles, replicas and old tiles applied with same mortar compositions, indicating that mortars could be used in reapplication of old tiles and application of replicas in contiguous spaces, facilitating the work. CHR presents higher values in old tiles applications. CAR and CAC continue to be the mortars that present the lowest bond strength values. CAS presents similar values than CARMK and PD mortars, usually above 0.04 MPa. The application of old tile 1 with CARMK mortar had a lower value than expected due to a fortuitous cause: the mortar above this tile panel, belonging to another study,

disintegrated and infiltrated in the interface between tile and mortar, creating a lower bond strength value. As verified in exterior applications, there are no clear differences between the applications of new tiles and replicas.

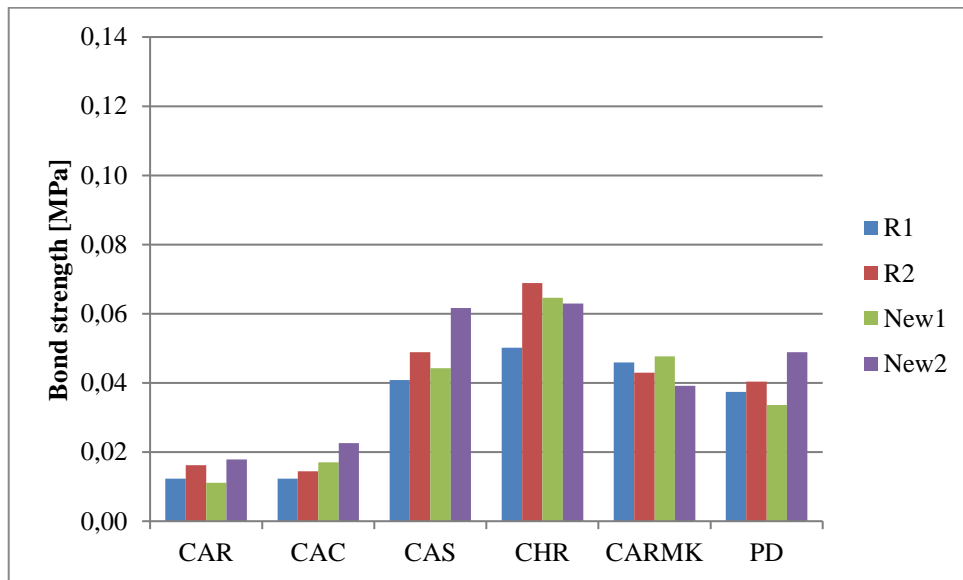


Figure 16 - Bond strength of new tiles on interior wall

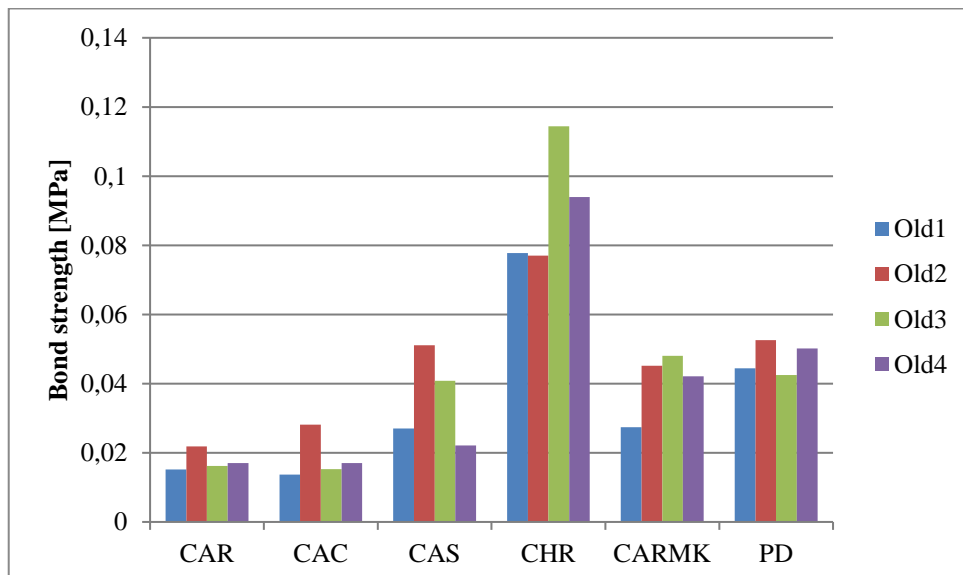


Figure 17 - Bond strength of old tiles on interior wall

Despite the fact that there were no major variations between exterior and interior applications, there are some differences with interesting relevance, especially with air and hydraulic lime mortars. Air lime mortars, CAR, CAC and CAS, present slightly higher values in the interior applications. This fact can be explained by air lime carbonation that as previously mentioned is the phenomenon responsible for the hardening of these mortars. The accelerated curing cycles provide a higher circulation of water and carbon dioxide in the system and accelerate carbonation progress of mortars in relation to the exterior applications. Despite this slight increase, the values remain low, but considering the rupture pattern, this fact is not of great relevance in the long term. The rupture pattern of these mortars, both in exterior and interior applications, was cohesive by the mortar core and/or mixed cohesive and adhesive indicating that the bond strength values are progressively higher as the rate of carbonation increases, which in this case is even slower because the glaze of the tiles is a barrier to the penetration of water and carbon dioxide. CHR mortar shows the opposite trend. Its hardening process is faster due to its hydraulic component and quickly reaches the maximum mechanical and bond strength. The range of bond strength values of CHR mortars leads to relevant considerations regarding the difference in mechanical behaviour between laboratory and *in situ* tests. The indications of mechanical strength by flexural and compression tests, Table 5, did not correspond to that verified in in-situ applications. *In situ* applications with this mortar presented a higher mechanical resistance in relation to air lime mortars, verified in the process of joints opening before the bond strength test. This data is of relevance towards the subject of comparability of laboratory and *in situ* values (38) and of adaptation of lime mortars laboratorial tests to cement standards.

The conjunction of the results of all the tests allows the conclusion that lime mortars have sufficient mechanical strength and surface hardness to support severe climatic conditions, since both mortars (behind the tiles and in direct contact with aggressive agents) were in excellent conditions after the accelerated curing cycles. This conclusion is supported by many old tiled facades that exist for more than 100 years in excellent conditions. Despite this, careful maintenance should always take place. Confirming this concern is the example given above, where during the aging test, the existence of heterogeneity in the facade quickly accelerates its degradation and compromise the adhesion of the tiles.

Figures 14-17 show that, with the exception of CHR mortars, bond strength values are low, similarly to mechanical strengths, Table 5. This range was expected because air binder mortars don't promote a strong bond to ceramic specimens (5). This kind of works in old structures, require adequate and not excessive tile/mortar bond connection to accomplish the requirements of compatibility, reversibility and durability. The presented bond strength values are in the range of *in situ* results obtained in real old tiled facades where the mortars were in good conditions (5). Old tiled facades

need to be studied and worked as a whole, and not tile by tile or layer by layer. The contribution of the joints has to be taken into account in facade behaviour (the contribution of the joints was not studied in this work, since the joints material was removed prior to the bond strength test).

The bond strength test confirms the results of thermographic method as all tiles were adherent to mortars and there are no mortar gaps behind the tiles. This method could solve some difficulties in high facades. Coupling thermographic camera to a flying device (like a drone) it will be possible to do the diagnosis of high facades easily and in a faster way.

All mortar compositions may be used for reattachment of old tiles and application of replicas, always adapting each one to the facade characteristics. Among all studied compositions, it could be highlighted that:

- CAS: mortar with good mechanical strength, not being excessive, with clay particles in its composition, which results in better workability in the fresh state, better applicability and adequate bond strength. This composition was similar to those used in old tiled facades;
- CHR: mortar with higher bond strength values adequate to tiles with a smoother ceramic part and substrates with medium mechanical strengths. These mortars can also be used in places where there is a danger of theft of the tiles, as it provides higher adhesion in a shorter time;
- CARMK: mortar with adequate mechanical strengths for conservation and rehabilitation works, with good deformability and high values of porosity, compatible with old substrates. Mortar with good bond strength values.

4. Conclusions

The study of mortars for reapplication of old tiles is very important so that the authenticity of the heritage is not lost. The laboratory study was complemented with *in situ* applications and real simulations with accelerated curing cycles and it was concluded that the studied mortars have the adequate characteristics for old tiles reattachment and replicas application. The main conclusions are:

- Lime mortars are mechanically compatible with old tiled facades and present good applicability and workability;
- Lime mortars, despite having low short-term mechanical strength values, have the capacity to provide adequate adhesion and to support both the atmosphere climatic and aggressive conditions since their application. The adhesion strength values of air lime mortars vary between 0.02 MPa and

0.06 MPa, increasing with curing time during their carbonation process. The NHL 3.5 mortars show adhesion strength values between 0.06 MPa and 0.13 MPa, evidencing a faster hardening and consequent improvement of the short-term adhesion;

- The diagnosis by infrared thermography technique had reliable results according to the results of the bond strength test. This technique has a strong potential in the diagnosis of tiled facades, even in high zones;

- The results of the bond strength test are extremely important; however, the tiled facades should be studied as a whole. Characteristics of the support, existing materials and joints between the tiles have to be considered in old tiled facades works. Maintenance is another important factor, since a simple discontinuity in the tiled facade system may accelerate the degradation of the surrounding materials compromising global behaviour of the facade.

5. Acknowledgments

The authors acknowledge FCT – Portuguese Foundation for Science and Technology for its support through the financial support of PhD Scholarship: "Recovery of old tiled facades - Development of compatible mortars and study of adhesion phenomena to tiles" (SFRH/BD/88890/2012), LNEC (National Laboratory for Civil Engineering) by the support to PRESERVE project, ACRA (Ovar), Lusical, Lena Agregados, Secil, Cin, Révigres and Cinca for providing materials for testing.

6. References

1. **Ferreira, Maria Isabel Moura.** *Azulejos tradicionais de fachada, em Ovar. Contributos para uma metodologia de conservação e restauro.* Ovar : Câmara Municipal de Ovar/ACRA - Atelier de Conservação e restauro do azulejo, 2009.
2. **Fornés, I.** Architectural tiles in Xátiva: Color and morphology. *International Conference AZULEJAR - Conservação de revestimentos azulejares em fachadas.* 2012, p. 53.
3. **Costa, Marisa, et al.** Technical replicas of Portuguese ceramic tile bodies produced in the Oporto region in the late nineteenth to early twentieth centuries. *Studies in Conservation.* 16 de March de 2016, pp. 63-73.
4. **Botas, S., Veiga, R. e Velosa, A.** Bond strength in mortar/ceramic tile interface—testing procedure and adequacy evaluation. *Materials and Structures.* 2017, Vols. DOI: 10.1617/s11527-017-1086-7.

5. **Botas, S., Veiga, R. e Velosa, A.** Air lime mortars for conservation of historic tiles: Bond strength of new mortars to old tiles. *Construction and Building Materials*. 2017, Vol. 145, pp. 426-434.
6. **Fragata, Ana e Veiga, R.** Air Lime Mortars: The Influence of Calcareous Aggregate and Filler Addition. *Materials Science Forum*. 2010, pp. 1280-1285.
7. **Taha, M. M. Reda e Shrive, N. G.** The Use of Pozzolanes to Improve Bond and Bond Strength. *9th Canadian Masonry Symposium*. Canada : Fredericton, N. B., 2001.
8. **Papioannou, S., et al.** The Adhesion Properties of Mortars in Relation with Microstructure. *The Journal of Adhesion*. 2015, pp. 505-517.
9. **Ferreira, Maria Isabel Moura.** *Revestimentos azulejares oitocentistas de fachada, em Ovar. Contributos para uma metodologia de conservação e restauro*. Evora : Dissertação de Mestrado - Universidade de Evora, 2008.
10. **Ferreira, Luis Mariz.** *El azulejo de la arquitectura de Oporto [1850-1920]. Caracterización e intervención*. País Basco : Facultad de Bellas Artes - Universidad del País Basco, 2009.
11. **Callebaut, K., et al.** Nineteenth century hydraulic restoration mortars in the Saint Michael's Church (Leuven, Belgium) Natural hydraulic lime or cement. *Cement and Concrete Research*. 2001, pp. vol. 31(3), pp. 397-403.
12. **Mosquera, M., J., et al., et al.** Addition of cement to lime- based mortars: Effect on pore structure and vapor transport. *Cement and Concrete Research*. 2006, pp. vol. 36(9), pp. 1635-1642.
13. **CEN1998.** Methods of test for mortar for masonry. Part 2: Bulk sampling of mortars and preparation of test mortars. *EN 1015-2:1998/A1:2006*. 1998.
14. **Velosa, A.** *Argamassas de cal com pozolanas para revestimento de paredes antigas*. Aveiro : Master Thesis, Aveiro University, 2006.
15. **Andrejkovi, S., et al., et al.** Palygorskite as an admixture to air lime - metakaolin mortars for restoration purposes. *Applied Clay Science*. 2013, pp. 368-374.
16. **Veiga, R., Velosa, A. e Magalhães, A.** Experimental applications of mortars with pozzolanic additions: Characterization and performance evaluation. *Construction and Building materials*. 2009, Vol. 23, pp. 318-327.
17. **Lourenço, T., Matias, L. e Faria, P.** Anomalies detection in adhesive wall tiling systems by infrared thermography. *Construction ans Building Materials*. 2017, Vol. 148, pp. 419-428.

18. **Lourenço, T., Matias, L. e Faria, P.** Anomaly diagnosis in ceramic claddings by thermography - A review. *7th International Conference on Safety and Durability of Structures*. 2016.
19. **Edis, E., e Flores-Colen, I., Brito, J.** Passive thermographic detection of moisture problems in facades with adhered ceramic cladding. *Construction and Building Materials*. 2014, Vol. 51, pp. 187-197.
20. **CEN2010.** *Building lime. Part 1 - Definitions, specifications and conformity criteria*. Brussels : EN 459-1:2010, 2010.
21. **CEN1999.** *Methods of Tests for Mortar for Masonry - Part 11: Determination of Flexural and Compressive Strength of Hardened Mortar*. Brussels : EN 1015-11:1999, 1999.
22. **CEN1999a.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 3: Determination of consistence of fresh mortar (by flow table)*. Brussels : EN 1015-3:1999/A1:2004/A2:2006, 1999.
23. **CEN2010.** *Methods of test for mortar for masonry. Determination of flexural and compressive strength of hardened mortar*. Brussels : EN 1015-11:1999, 1999b.
24. **CEN2004.** *Natural stone test methods. Determination of the dynamic modulus of elasticity (by measuring the fundamental resonance frequency)*. Brussels : EN 14146:2004, 2004.
25. **CEN2002.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 18: Determination of water absorption coefficient due to capillarity action of hardened mortar*. *EN 1015-18:2002*. 2002.
26. **RILEM Comission 25 PEM .** *Essais recommandés pour mesurer l'alteration des pierres et évaluer l'efficacité des methods de traitement*. *Matériaux et Constructions*. 1980.
27. **CEN1999c.** *Natural Stone test methods. Determination of real density, and of total and open porosity*. *EN 1936:1999*. 1999.
28. **ASTM.** *Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness*. West Conshohocken : ASTM International, 2015. ASTM D2240-15.
29. **CEN2016.** *Methods of test for mortar for masonry. Part 12: Determination of adhesive strength of hardened rendering and plastering mortars on substrates*. Brussels : s.n., 2016. EN 1015-12:2016.
30. **Botas, Sandro, Rato, Vasco e Faria, Paulina.** *Testing the Freeze/Thaw Cycles in Lime Mortar*. *HMC2010*. 2010.

31. **Belaidi, Akram Salah Eddine, Benabed, Benchaa e Soualhi, Hamza.** Physical and mechanical properties of concrete repair materials in dry and hot-dry environment. *Journal of Adhesion Science and Technology*. 6, 2015, Vol. 29.
32. **Veiga, M. R., et al.** Lime-based Mortars: Viability for Use as Substitution Renders in Historical Buildings. *International Journal of Architectural Heritage*. 2010, Vol. 4, 2, pp. 177-195.
33. **Abousnina, Rajab M., Manalo, Allan e Lokuge, Weena.** Physical and mechanical properties of cement mortar containing fine sand contaminated with light crude oil. *Procedia Engineering*. 2016, Vol. 145, International Conference on Sustainable Design, Engineering and Construction, pp. 250-258.
34. **Tkaczewska, Ewelina.** Mechanical Properties of Cement Mortar Containing Fine-Grained Fraction of Fly Ashes . *Open Journal of Civil Engineering*. 2013, Vol. 3, pp. 54-68.
35. **Singh, S. B., Munjal, Pankaj e Thammishetti, Nikesh.** Role of water/cement ratio on strength development of cement mortar. *Journal of Building Engineering*. 2015, Vol. 4, pp. 94-100.
36. **Chen, Xudong, Wu, Shengxing e Ahou, Jikai.** Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar. *Construction and Building Materials*. 2015, Vol. 40, pp. 869-874.
37. **Kalagri, A., Karatasios, I. e Kilikoglou, V.** The effect of aggregate size and type of binder on microstructure and mechanical properties of NHL mortars. *Construction and Building Materials*. 2014, Vol. 53, pp. 467-474.
38. **Pelà, Luca, Roca, Pere e Aprile, Alessandra.** Combined In-Situ and Laboratory Minor Destructive Testing of Historical Mortars. *International Journal of Architectural Heritage* . 2017, DOI: 10.1080/15583058.2017.1323247.

14. Conclusões

O presente estudo insere-se na temática do comportamento das fachadas azulejadas antigas, mais propriamente no estudo do comportamento de argamassas para reassentamento de azulejos antigos.

Foi realizada uma pesquisa abrangente das matérias englobadas no âmbito do trabalho e uma pesquisa mais focada no foco da temática da tese, por forma a adquirir as competências necessárias que permitissem o conhecimento do tema, com uma profundidade que garantisse que os trabalhos realizados teriam um bom enquadramento e que exponenciassem a possibilidade de avanço científico. Foi realizada uma caracterização da estrutura porosa de azulejos novos e antigos e de réplicas de azulejos antigos; foram desenvolvidas argamassas compatíveis com os suportes antigos, as quais foram caracterizadas química e fisicamente; foi avaliada a aderência das argamassas desenvolvidas e as características da ligação azulejo/argamassa; foi avaliada a aderência dos azulejos antigos nas fachadas originais; foi desenvolvido um novo ensaio de aderência; e foram realizados ensaios de aderência *in-situ* para avaliar as composições de argamassa mais adequadas para a reaplicação de azulejos antigos e suas réplicas.

O bom funcionamento do sistema alvenaria/argamassa/azulejo antigo depende das características dos materiais envolvidos e da interligação entre eles. As inspeções realizadas às fachadas azulejadas, no âmbito dos ensaios de aderência, permitiram concluir que as principais anomalias causadoras da descolagem entre os azulejos antigos e as argamassas são: 1) uso inadequado das fachadas com a instalação de acessórios de iluminação, publicidade e outros que recorrem a fixação mecânica na fachada; 2) perda da coesão da argamassa antiga; 3) perda da capacidade aderente entre a argamassa e os azulejos. As anomalias reportadas no ponto 1) deverão ser evitadas com a sensibilização para a importância da preservação deste tipo de património, as anomalias em 2) e 3) deverão ser intervencionadas com uma inspeção especializada e com a aplicação de materiais compatíveis, mais concretamente argamassas e réplicas dos azulejos antigos, no caso da não existência de todos os azulejos originais. As características de compatibilidade, durabilidade e reversibilidade das aplicações são preponderantes neste tipo de trabalhos.

As fachadas azulejadas antigas, na sua maioria, são constituídas por suportes de alvenaria de pedra irregular argamassada, alvenaria de tijolo assentes com argamassa de cal aérea ou alvenaria de adobe de cal, uma camada de emboço e uma camada de assentamento, ou só uma camada com as duas funções na qual aderem os azulejos. Existe um grande número de fachadas azulejadas exteriores com azulejos pertencentes ao final do século XIX e início do século XX, pois nessa época, com a

industrialização do fabrico, o material azulejo tornou-se economicamente mais acessível para as classes com menor poder económico.

Existem dois grupos distintos no que respeita à constituição da parte cerâmica dos azulejos antigos: 1) azulejos com chacota cerâmica constituída por argilas cauliniticas, quartzo, dolomite e calcite; 2) azulejos de pasta branca constituídos por quartzo e caulino. As características porosas dos azulejos antigos são muito importantes no processo de aderência azulejo/argamassa e a absorção de água por capilaridade é afetada diretamente pela porosidade do azulejo. A generalidade dos azulejos antigos apresenta valores de absorção de água superiores aos azulejos novos e réplicas. Os ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio mostraram que os azulejos novos e as réplicas apresentam um padrão poroso semelhante com uma distribuição e tamanho (em média $0,7\mu\text{m}$) do diâmetro crítico dos poros superior em relação aos azulejos antigos (em média $0,5\mu\text{m}$). Os azulejos de pasta branca apresentam poros de dimensões menores. Apesar destas diferenças, tanto numa fase inicial como numa fase mais adiantada do trabalho, foi considerado que estes azulejos novos escolhidos serviriam como uma boa base simuladora de ensaios com as argamassas a desenvolver. O ensaio de sucção, realizado sobre os azulejos novos, mostrou que existe uma penetração superior de água e de finos da argamassa no azulejo nas composições de argamassas com uma quantidade superior de água de amassadura. Um valor de 160 mm na mesa de espalhamento proporcionou uma trabalhabilidade adequada e características de aplicação adequadas para este trabalho.

A humidade presente na parte cerâmica dos azulejos, mais propriamente junto da interface, tem muita influência nas características das argamassas com as quais contacta. A forma de interligação dos materiais é influenciada pelas características das suas estruturas porosas, e a água presente em ambos, exerce uma importância determinante no contacto e ligação entre as duas superfícies. Uma superfície cerâmica muito seca provoca uma dessecação da argamassa na zona da interface e prejudica a ligação. Tanto nas réplicas como nos azulejos antigos, um aumento da humidade no corpo cerâmico resulta numa ligação mais íntima. A zona da interface das argamassas, aplicadas sobre azulejos com superior teor de humidade, apresenta valores superiores de porosidade aberta. A correspondência direta entre o aumento de porosidade aberta da interface e o aumento da humidade nos azulejos permite concluir que a troca de materiais e a sua velocidade são otimizadas pela adequada conjugação das duas estruturas porosas. Além desta troca de materiais, foi também concluído que o aumento de humidade nos azulejos proporcionou uma velocidade de contacto e penetração mais lenta e um melhorado arranjo das partículas na interface. Apesar destas conclusões, em algumas amostras de azulejos, a quantidade superior de humidade proporcionou um decréscimo dos valores da tensão de aderência azulejo/argamassa, evidenciando que existe um ponto ótimo de humidade na interface, que sendo excedido, provoca mudanças nas características da interface e prejudica a aderência. Estas

conclusões não vão de encontro com a maioria das conclusões apresentadas pelos autores citados no estado da arte, pois a opinião geral é a de enfraquecimento da ligação com o humedecimento da interface (excetuando o caso de salpico em suportes muito absorvente onde serão aplicadas argamassas cimentícias). Este fator é muito interessante pois existe ainda muito conhecimento a desenvolver partindo destas conclusões muito interessantes.

As argamassas de cal aérea e areia provaram, mais uma vez, que apesar de proporcionarem baixos valores de resistências mecânicas e elevado grau de dificuldade na sua aplicação em praticamente todos os processos envolvidos, têm características adequadas para este tipo de trabalhos. Uma escolha adequada de 1) traço ligante agregado - 1:2 é aparente ser mais adequado para este tipo de trabalhos de assentamento; 2) areia a utilizar, sempre bem graduada (com grande extensão de granulometria) - areia de rio lavada, saibro ou areia calcária mediante as características originais da fachada e das argamassas originais; 3) quantidade de água equivalente a proporcionar 160mm na mesa de espalhamento; 4) humedecimento da parte cerâmica do azulejo - é adequado deixar os azulejos imersos 24h antes da aplicação de modo a expandirem e proporcionar um melhor contacto com a argamassa; 5) mão de obra especializada e/ou sensível às características deste tipo de material; permite usar argamassas de cal aérea no assentamento de réplicas e reassentamento de azulejos antigos, com a vantagem de serem os materiais adequados. Uma boa conjugação destes fatores permitiu obter valores de tensão de aderência superiores a 0,1 MPa, que, neste tipo de materiais são valores adequados e proporcionadores de compatibilidade com os materiais originais. A maioria destes valores são da mesma ordem de grandeza dos que foram determinados por ensaios *in situ* em fachadas existentes e em bom estado. Os valores de tensão de aderência pertencem a ordens de grandeza semelhantes em relação aos valores apresentados nos estudos citados no estado da arte. Contudo, alguns valores obtidos são, neste tipo de argamassas, ligeiramente superiores à média relatada. No entanto, estes valores superiores não assumem ordens de grandeza parecidas com as verificadas com argamassas cimentícias, facto esse que é espectral e desejável

As argamassas de cal hidráulica natural (NHL) 3,5 provaram também ser um material adequado para o reassentamento de azulejos antigos. O tipo de areia foi o principal fator de variação nos valores das argamassas com NHL. As areias siliciosas, mesmo podendo ser consideradas, mostraram-se as menos adequadas; o saibro proporcionou uma melhor trabalhabilidade das argamassas no estado fresco e boas resistências mecânicas no estado endurecido e as formulações com areia calcária, devido à afinidade química da areia com o ligante, obtiveram os melhores resultados mecânicos e de aderência com os azulejos. As argamassas de cal hidráulica poderão também ser usadas nos casos em que as argamassas de cal aérea não proporcionem uma resposta satisfatoriamente eficaz, tal como a maioria das reaplicações com azulejos de pasta branca devido ao facto das diferenças porosas e da

face menos rugosa das suas chacotas. Nestes casos, o uso de argamassas de cal hidráulica deverá ser tomado em consideração. As argamassas de cal aérea e metacaulino poderão também ser uma boa solução intermédia entre as argamassas de cal aérea e argamassas de cal hidráulica. As argamassas de cal hidráulica natural usadas apresentaram valores de tensão de aderência ligeiramente inferiores em relação a composições semelhantes desenvolvidas em estudos anteriores. Este fator, apesar de curioso, não influenciou o estudo.

A análise microestrutural da interface azulejo/argamassa foi um avanço no estudo da ligação destes materiais. A penetração da pasta de argamassa na interface do azulejo atinge um máximo de 20 μm -40 μm e a relação Ca/Si tem correspondência direta com a tensão de aderência azulejo/argamassa: valores superiores de Ca/Si correspondem ao aumento da tensão de aderência. Valores superiores de Ca/Si significam que, a uma certa profundidade, existe uma maior quantidade de cálcio, o que indicia uma superior penetração. Todos os fatores de variação influenciam a ligação azulejo/argamassa. Nas aplicações com argamassas simples de cal aérea e areia foi verificado um aumento dos valores de tensão de aderência com um aumento de humidade do azulejo, como visto anteriormente; já as argamassas de cal aérea e metacaulino tiveram o comportamento contrário, contrariamente ao esperado. As conclusões do estudo microestrutural da interface vêm confirmar a maioria das afirmações de estudos anteriores (apesar de, nesses estudos, ser referido mas não provado através de ensaios) de que a maior componente que providencia a ligação é a componente física.

As fachadas azulejadas desenvolvidas, e as correspondentes argamassas de cal nelas aplicadas, apresentaram uma excelente durabilidade, tanto em ambiente natural exterior, expostas às condições atmosféricas da cidade de Lisboa durante um ano, como em condições de laboratório expostas a ciclos severos de envelhecimento artificial acelerado. As argamassas de cal aérea apresentaram um bom comportamento e valores de tensão de aderência entre 0,02 MPa e 0,06MPa, sendo que, com o aumento do tempo de cura, a tendência de aumento destes valores é expectável. As argamassas de cal hidráulica apresentaram valores superiores, entre 0,06 MPa e 0,13 MPa, evidenciando um endurecimento mais acelerado e conseqüente melhoria da tensão de aderência a curto prazo. Apesar dos valores unitários da tensão de aderência azulejo/argamassa, as fachadas mantiveram-se intactas e apresentaram um aumento da sua solidez com progressivo aumento do tempo de cura. As fachadas azulejadas devem ser estudadas como um todo e a robustez da fachada como um todo é superior ao somatório da robustez individual de cada um dos materiais. Estes ensaios em fachadas de grandes dimensões permitiram também concluir que a análise de anomalias recorrendo à técnica da termografia foi fiável. Estas conclusões vêm de encontro à maioria dos estudos efetuados sobre fachadas azulejadas.

As características aderentes das argamassas de cal aérea não são comparáveis, em escala de valor, às das argamassas com ligantes cimentícios. Esta diferença provocou inicialmente algumas dificuldades de adaptação dos ensaios com argamassas de ligante aéreo às normas, que estão pensadas e desenvolvidas para ensaiar argamassas de presa hidráulica e mais fortes mecanicamente. A principal dificuldade foi a avaliação da aderência azulejo/argamassa, pois esta característica não foi possível de ensaiar com satisfatório grau de precisão e exatidão segundo a Norma EN 1015-12:2000. O novo ensaio de avaliação de aderência para argamassas com fraco poder aderente foi um dos principais avanços nesta investigação. O novo ensaio oferece vantagens de precisão do aparelho de ensaio, aplicação mais fácil e aproximada do método real de aplicação de azulejos, facilidade de adaptação, modos de rotura controlados, poupança de material, e, principalmente, confiabilidade dos resultados. O novo ensaio de aderência poderá ser adaptado a outro tipo de suportes e materiais.

15. Trabalhos futuros

Este trabalho visou ajudar na escolha os materiais a usar em intervenções nas fachadas azulejadas antigas. Partindo das conclusões deste trabalho indicar-se-ão alguns trabalhos futuros com desenvolvimento possível e desejável:

- Estudo microestrutural aprofundado da interface azulejo/argamassa de modo a avaliar padrões de comportamento na interação das estruturas porosas dos materiais;
- Otimização de composições de argamassas e formulação de misturas pré-doseadas para dar resposta não só a situações correntes de assentamento como a casos particulares;
- Desenvolvimento de uma rede nacional de formação no manuseamento dos materiais tradicionais, nomeadamente as argamassas de cal aérea. A preservação do património depende da “passagem de testemunho” do *modus operandi* do manuseamento destes materiais conjugado com os conhecimentos técnico-científicos dos trabalhos do género do presente;
- Desenvolvimento de intervenções com diminuto grau de intrusão na fachada: uso de materiais consolidantes do corpo do azulejo *in-situ* e consolidação das argamassas, através da injeção de grouts com base em cal aérea, sem a remoção dos azulejos;
- Estudo da influência das juntas nas fachadas azulejadas.

