

## Właściwości lekkich cegieł z 800-letniego obiektu zabytkowego w Indiach

### Material properties of the light mass bricks from an 800 year old Heritage site in India

Degloorkar Nikhil Kumar, Rathish Kumar Pancharathi

Department of Civil Engineering, NIT Warangal, India, 506004

Corresponding authors: Degloorkar Nikhil Kumar, e-mail: [nikhildegloorkar@gmail.com](mailto:nikhildegloorkar@gmail.com);  
Rathish Kumar Pancharathi, e-mail: [rateeshp@nitw.ac.in](mailto:rateeshp@nitw.ac.in)

#### Streszczenie

Renowacja i konserwacja obiektów dziedzictwa kulturowego w każdym kraju jest zadaniem trudnym i czasami wymaga dużej uwagi. Jest to równocześnie ważne dla podtrzymania kultury i dziedzictwa społeczeństw. Jednak często bardzo trudno jest znaleźć odpowiednie materiały stosowane w przeszłości i dlatego w wyniku zastępowania ich dostępnymi spoiwami cementowymi, może dojść do uszkodzenia starych materiałów. Z tego powodu trzeba zbadać te antyczne materiały i opracować podobne zastępcze, o zbliżonych właściwościach. Ten materiał zastępczy powinien mieć podobny skład mineralny i właściwości fizyczne, a wówczas nie będzie stwarzał problemów w trakcie naprawy i po jej wykonaniu. W niniejszej pracy, przy użyciu nowoczesnych technik analitycznych, a przede wszystkim mikroskopii elektronowej, rentgenografii i spektroskopii w podczerwieni, zbadano skład antycznej cegły pływającej, stosowanej w indyjskim obiekcie zabytkowym. Określono również właściwości fizyczne, a mianowicie ciężar właściwy, gęstość nasypową, zawartość pustek i porowatość. Na podstawie przeprowadzonej analizy można stwierdzić, że cegły były lekkie, o czym decydowała duża porowatość, i mogły pływać w wodzie, gdyż były to pojedyncze pory zamknięte. Cegły wykonano z gliny prażonej w niskich temperaturach, co pozwoliło uzyskać dużą porowatość. Skład chemiczny cegieł, oznaczony pod mikroskopem elektronowym przy zastosowaniu mikroanalizy rentgenowskiej, składał się z kwarcu, tlenku glinu i hematytu. To niskotemperaturowe prażenie gliny zostało poparte analizą FTIR, wykazującą wiązania Si-O, które nie są trwałe w wysokiej temperaturze.

**Słowa kluczowe:** obiekty dziedzictwa kulturowego, lekka cegła, inżynieria odwrotna

#### Summary

Restoration and preservation of Heritage Structures in any country is a challenging task and sometimes requires urgent attention. Moreover, it is important for sustenance of culture and heritage of the society. But many times, it is very difficult to find matching materials used in the past and hence due to use of available cementitious materials there can be degeneration of existing material. In view of this, there is a need to characterize these ancient materials and develop alternate materials with almost similar characteristics. With this knowledge, an alternate material similar in mineral composition and physical properties need to be developed, which will not have compatibility issues during and after repair. In the present study, the material characterization of an ancient floating brick at an Indian Heritage site was examined using modern analytical techniques like SEM-EDS, XRD and FTIR. In addition, the physical properties like specific gravity, bulk density, voids ratio and porosity were also determined. From the analysis, it could be confirmed that the bricks were light in weight due to the pores content and could float in water due to the non-interconnected porosity. Also, the presence of quartz, alumina and hematite from SEM-EDS analysis confirmed that these bricks were made of firing the clay, at lower temperatures, to induce pores. This low temperature firing of clay was supported by FTIR analysis indicating the presence of Si-O bond that would have disappeared at higher temperature.

**Keywords:** Heritage structures, material composition, light mass brick, reverse engineering

## 1. Wprowadzenie

Obiekty dziedzictwa kulturowego i zabytki w każdym kraju, świadczą o znakomitej przeszłości (1). Indie są znane z bogactwa zabytków i obiektów dziedzictwa kulturowego, które świadczą o architektonicznych upodobaniach ludności. (2,3). Ponadto, ze względu na bogatą różnorodność kultur i religii, w Indiach zachowały się liczne świątynie, meczety, kościoły, stup i mahali, które manifestują formę i podejście kapłanów do popularyzacji swoich kazań (4). UNESCO powołało ICOMOS (International Council on Monuments and Sites), aby pokazać swoje zaangażowanie w ochronę dziedzictwa kulturowego poprzez współpracę międzynarodową, w której ICOMOS pełni rolę konsultanta (5). UNESCO opisało światowe dziedzictwo kulturowe w odniesieniu do zabytków i miejsc, które mają wyjątkową wartość z punktu widzenia historii, sztuki i nauki (6). Struktury zabytkowe w trakcie swojego istnienia ulegały różnym rodzajom uszkodzeń spowodowanych zjawiskami naturalnymi, między innymi oddziaływaniami termicznymi, chemicznymi i fizycznymi zjawiskami dynamicznymi, przede wszystkim trzęsieniami ziemi (5).

Naprawa i renowacja jest procesem mającym na celu przywrócenie pierwotnej integralności konstrukcji, która uległa uszkodzeniu w ciągu długiego czasu. W sektorze budowlanym naprawa i renowacja obiektów dziedzictwa kulturowego ma ogromne znaczenie (7), ze względu na ich spójność z wartością kulturową kraju. Przywrócenie do stanu pierwotnego jest ostatecznym celem napraw i renowacji (8). W celu przywrócenia stanu pierwotnego należy ograniczyć te działania do minimum (9). Przywracanie do stanu pierwotnego oznacza odtworzenie starej konstrukcji poprzez usunięcie dodatkowych warstw lub ponowne jej odtworzenie z istniejących elementów, bez wprowadzania nowych materiałów. Konserwacja to proces ochrony obiektów dziedzictwa kulturowego, w celu zachowania ich historycznego, architektonicznego i kulturowego znaczenia. Ochroną jest zabezpieczenie konstrukcji zabytkowej w jej oryginalnej formie przed zniszczeniem, podczas gdy rekonstrukcja polega na przywróceniu stanu konstrukcji jak najbardziej zbliżonego do pierwotnego, ale przy użyciu nowych materiałów (5).

Naprawa i renowacja konstrukcji jest w dzisiejszych czasach sprawą pierwszorzędnej wagi. Powodem jest uniknięcie zniszczenia konstrukcji, gdy może ona nadal służyć danemu celowi, po zastosowaniu odpowiednich napraw. Również w przypadku napraw i renowacji współczesnych budynków każda zmiana w istniejącym elemencie jest dopuszczalna, o ile nie jest szkodliwa dla konstrukcji. Ze względu na ich znaczenie dla kultury i dziedzictwa kulturowego, istotne jest, aby przywrócić i zachować te budowle w pierwotnym stanie. Jeżeli chodzi o konstrukcje dziedzictwa kulturowego, naprawa i renowacja dotyczy ponownego wykorzystania antycznych elementów konstrukcji w maksymalnym stopniu, w celu zachowania jej integralności kulturowej i osiągnięcia zrównoważonego rozwoju (10). Jednak materiały użyte w przeszłości mogły ulec zniszczeniu i wymagają wymiany na nowoczesne, które mają lepsze właściwości i trwałość, a jednocześnie powinny wyglądać podobnie do tych antycznych (5).

## 1. Introduction

Heritage structures and monuments are the signs of illustrious past (1). India has a rich multitude of monuments and heritage structures that signify the architectural and functional requirements of the people. (2,3). Also, due to rich diversity in culture and religions, India has got a cluster of temples, mosques, churches, stupas and mahals, that manifests the form and approach of the religions to proliferate their preachings (4). UNESCO established ICOMOS [International Council on Monuments and Sites] to show its commitment towards safeguarding the cultural heritage through International collaboration, wherein ICOMOS acts as a consultant (5). UNESCO described the word cultural heritage with reference to the monuments and sites that have exceptional value from the perception of history, art and science (6). Heritage structures, during their course of time have undergone different types of distress due to natural actions like thermal, chemical and physical attacks, anthropic actions like interventions and dynamic actions like earthquakes (5).

Repair and rehabilitation is the process of attaining the original integrity of the structure that has undergone damage over a period of time. In construction sector, repair and rehabilitation of heritage structures is of utmost importance (7). This is due to their congruence with the cultural value of the country. Restoration is the ultimate aim of repair and rehabilitation (8). The objective of restoration should be with minimum intervention. (9). Restoration means bringing back the original condition of the structure by removal of any additional layers or by reassembling the same with existing components without introducing any new materials. Conservation is the process of protecting the heritage structure to maintain its historical, architectural, aesthetic and cultural significance. Preservation is to protect the heritage structure in its original form from deterioration whereas reconstruction would be to bring back the condition of the structure as close to its original as possible but by using new materials (5).

Repair and rehabilitation of structures is the prime concern these days. The reason being to avoid destruction of structures when it can still do service after the proper repairs are applied. Also, for repair and rehabilitation of modern buildings any change in the existing component is acceptable until and unless it is not harmful to the structure. Due to their importance in terms of culture and heritage, it is essential to restore, rehabilitate, and preserve these structures. When it comes to the heritage structures, the repair and rehabilitation is concerned with reusing the ancient components of structures to the maximum extent in order to maintain its cultural integrity and achieve sustainability (10). However, the materials used in the past might have deteriorated now and needs replacement with modern materials which function better while should look similar to that of the ancient materials. (5).

In order to restore or repair any heritage structure, there is a need to understand the characteristics of the ancient components and their binding mortars. The material characterization of ancient mortar has always been an area of interest throughout the world.

Aby odrestaurować lub naprawić jakąkolwiek zabytkową konstrukcję, konieczne jest możliwie wierne odtworzenie antycznych elementów i wiążących je zapraw. Skład materiałowy antycznych zapraw murarskich zawsze był przedmiotem zainteresowania na całym świecie. Badania składu antycznych zapraw w obiektach dziedzictwa indyjskiego są ograniczone. Dzięki pojawieniu się nowoczesnych technik analitycznych, do których należą, jak już wspomniano: mikroskopia elektronowa z analizami rentgenowskimi, rentgenografia, spektroskopia w podczerwieni i analiza termiczna, poznanie składu i budowy antycznych zapraw stało się łatwiejsze.

Badania składu materiałowego i właściwości starożytnych zapraw z obiektów zabytkowych w Indiach i innych krajach, przeprowadzono przy użyciu różnych nowoczesnych technik analitycznych.

## 2. Przegląd literatury

M. Singh i in. (11) uważają, że stosowanie nowoczesnych zapraw obok antycznych, przyspieszyło degradację zamiast ją zatrzymać. Zaprawa naprawcza, dopasowana do zaprawy antycznej, zapewnia ciągłość i podobny proces starzenia się, jak antycznej. W swoich badaniach skoncentrowali się na strukturze morfologicznej i budowie różnych składników XVI-wiecznego tynku wapiennego z Taj Deccan, repliki Taj Mahal, znajdującej się w Aurangabad w Maharashtra w Indiach, w celu jej przyszłej renowacji. Skład mineralny określono rentgenograficznie i za pomocą analiz rentgenowskich, pod mikroskopem elektronowym. Mikroskopia optyczna cienkich przekrojów dostarczyła informacji o spoiwie, rodzaju i kształtu kruszywa oraz jego budowy. Dodatki w postaci materiałów organicznych rozpoznano na podstawie widm FTIR.

Singh (12), w swoim studium Charminar, miejsca dziedzictwa kulturowego w Indiach, stwierdził, że starożytne zaprawy zostały przygotowane przy zastosowaniu każdego lokalnie dostępnego materiału, w miejscu budowy. Stwierdzono, że w przeszłości, w celu zwiększenia zdolności wapna do wiązania dodawano gumę, klej, cukier jaggery, białko z jajek oraz ekstrakty roślinne. Dodawano również włókna jutowe, łuskę ryżową i konopie, w celu uniknięcia powstawania pęknięć w dalszej eksploatacji konstrukcji. Do oceny składu mineralnego tynków zastosowano układ trzech równań zaproponowany przez Charola i in. (13). Natomiast zawartość CO<sub>2</sub> w tynkach oznaczano za pomocą różnych metod laboratoryjnych. Badania składu mineralnego uzupełniano oznaczając krzemionkę, wapń i magnez, straty prażenia oraz pozostałość nierozpuszczalną w HCl. Badania wykazały, że brak było wolnego CaO w 400-letnich tynkach Charminar, popularnego obiektu dziedzictwa kulturowego w Indiach.

Ravi i in. (14) w badaniach antycznych tynków wapiennych zastosowali różne nowoczesne metody analityczne, do oznaczenia ich składu. W wyniku przeprowadzonej analizy stwierdzono, że w tynku lub zaprawie, stosunek spoiwa do kruszywa wynosił od 1:2,75 do 1:3,43, co wskazuje na proporcje zapewniające większą wytrzymałość. Stosowane spoiwo jest bogate w wapń i jest hydrauliczne. Dodatek następujących składników: cukier jaggery,

There are limited studies on the characterization of ancient mortars from Indian Heritage sites. Due to the advent of modern analytical methods like SEM-EDS, XRD, FTIR and thermal analysis, the characterization of ancient mortars became easy to understand.

The material characterization studies on ancient mortars of heritage structures in India and other countries were conducted using various modern analytical techniques.

## 2. Literature review

Singh et al. (11) are concerning that the use of modern mortars with the ancient mortars have accelerated the deterioration rate, instead of repairing it. The repair mortar that matches with the ancient mortar provides continuity and age in the similar way as that of the ancient mortar. In their study they focused on the micro-morphological structure and composition of various components of 16<sup>th</sup> century lime plaster of Taj Deccan, a replica of Taj Mahal, situated in Aurangabad of Maharashtra, India for future restoration work. The mineralogical composition was determined using XRD and SEM analysis. The optical microscopy on thin section gave information regarding binder, type and shape of aggregate and their microstructure. The additives like organic materials were recognized using FTIR spectra.

Singh (12), in his study on Charminar a heritage site in India mentioned that ancient mortars have been prepared using any locally available material in the construction site. It was found that in the past, gum, glue, jaggery, white of eggs, plant extracts were added to enhance the binding capacity of lime. Jute fibres, rice husk, hemp etc., were also added in order to avoid formation of cracks in further stages of the life of structure. The three equation system suggested by Charola et al. (13) was used to evaluate the mineralogical composition of plasters. However, CO<sub>2</sub> of the plasters was evaluated using separate laboratory instruments. The study revealed mineral composition by determining silica, Ca, Mg, loss on ignition and insoluble residue in 1:4 HCl. The study also revealed that there was no free CaO present in the 400 year old plaster works of Charminar, a popular heritage site in India.

Ravi et al. (14) in their studies on ancient lime plasters have conducted various chemical and modern analytical methods for determination of their composition. In the analysis it was found that the plaster or the mortar had binder to aggregate ratio of 1:2.75 to 1:3.43 indicating proportion for better strength. The binder used is calcium rich containing with hydraulic character. The ingredients like jaggery, kadukai and egg white precipitated and stabilized calcium carbonate polymorph vaterite, calcite and aluminium silicates. This was responsible for the durability, self-healing character and longevity of the structure. The carbohydrates in organics were responsible for delayed ettringite formation which, however, avoided formation of cracks.

Surendran et al. (15), in their study used traditional methods such as acid loss analysis and modern instrumental techniques such as XRD, Scanning Electron Microscopy [SEM] and Infrared

kadukai i białko z jajek, które strąciły i utrwaliły węglan wapnia w dwóch odmianach polimorficznych: waterytu i kalcytu. Oprócz tych faz znaleziono krzemian glinu. Odpowiadało to za trwałość, samoregenerujące się właściwości i długowieczność konstrukcji. Węglowodany zawarte w materiałach organicznych powodowały opóźnione powstawanie ettringitu, jednak nie stwierdzono powstawania pęknięć.

Surendran i in. (15), w swoich badaniach wykorzystali tradycyjne metody, między innymi ocenę wzrostu pH i nowoczesne, a mianowicie rentgenografię, skaningową mikroskopię elektronową i spektroskopię w podczerwieni, do zbadania składu antycznej zaprawy, stosowanej w świątyni Veppathur, Thanjavur District, w Indiach. Zastosowana analiza wzrostu pH pozwoliła na określenie stosunku ilościowego spoiwa do kruszywa w zaprawie, co następnie sprawdzono rentgenograficznie. Analiza widm FTIR posłużyła do jakościowej analizy materiałów nieorganicznych i organicznych, stosowanych w zaprawie.

Aslam (16) w swoich badaniach Taj Mahal, będącego obiektem światowego dziedzictwa, zastosował do badań tynków różne metody, w tym analizy chemiczne. Analizę chemiczną próbki tynku przeprowadzono po usunięciu kruszywa grubego, a następnie rozdrobnieniu pozostałego materiału. Analiza chemiczna stosowana do określenia strat prażenia i pozostałości nierozpuszczalnych w kwasie. Następnie za pomocą atomowej spektrofotometrii absorpcyjnej oznaczono zawartość wapnia, magnezu, żelaza, sodu i potasu. Do badania składu mineralnego stosowano skaningowy mikroskop elektronowy i analizy rentgenowskie. Analizy te potwierdziły, że tynki składają się głównie z kalcytu i kwarcu.

Maravelak- Kalaitzaki i in.(17) stwierdzili, że zaprawy złożone głównie z cementu i polimerów, które używano do naprawy oryginalnych zapraw w starożytnych konstrukcjach, spowodowały uszkodzenia przyległych bloków kamiennych. Stwierdzono również, że szybkość degradacji zaprawy antycznej była większa, przy zastosowaniu wyżej opisanych zapraw naprawczych. Aby temu przeciwdziałać opracowano metodę syntezy zapraw o kompatybilności fizykochemicznej z oryginalnymi zaprawami, z wykorzystaniem surowców naturalnych.

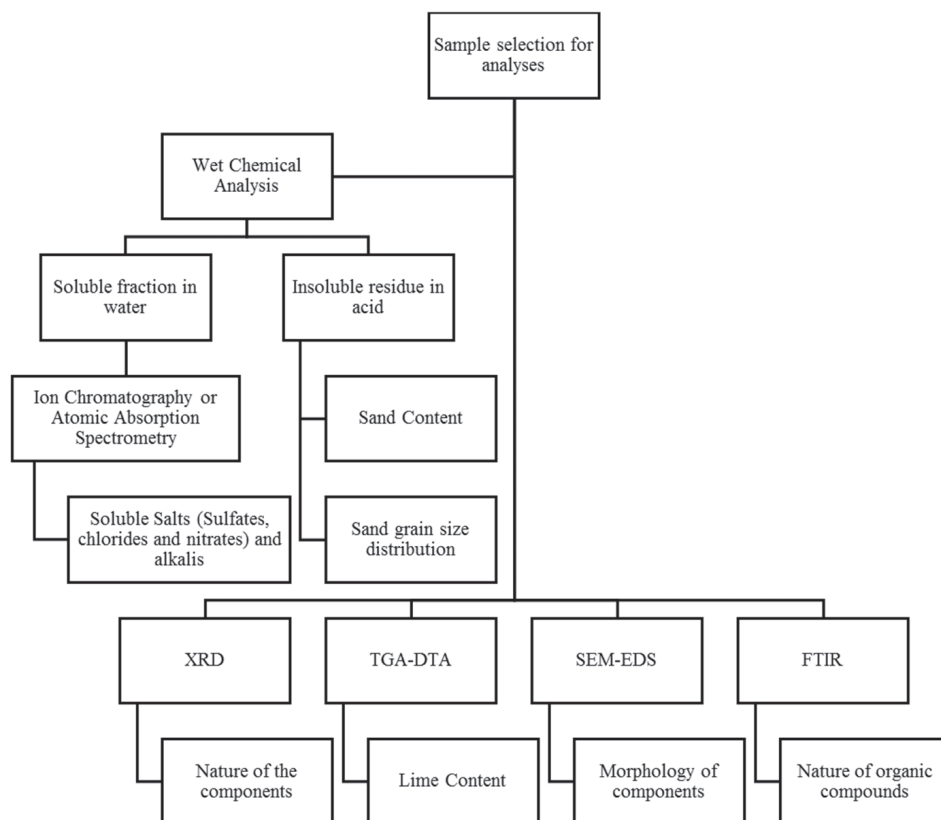
Wybrana zaprawa naprawcza zawierała naturalne wapno hydrauliczne z dodatkami pucolanowymi, jako materiał wiążący oraz kruszywo w postaci piasku kwarcowego i tłuczni ceglanego. Dzięki tej kombinacji uzyskano dobrą urabialność. W dalszej kolejności dokonano oceny proponowanej zaprawy naprawczej, mierząc kapilarność i porowatość. Kapilarność zaprawy naprawczej i pierwotnej

Spectroscopy [FTIR] for understanding the ancient mortar used at Veppathur temple, Thanjavur District, India. Acid loss analysis used helped in identifying the binder to aggregate ratio in the mortar which was later checked through XRD analysis. FTIR analysis was used for the qualitative analysis of inorganic and organic materials, present in the mortar.

Aslam (16) in his study on Taj Mahal, a World Heritage site used many instrumental techniques and chemical analyses on plasters. The chemical analysis of the plaster sample was applied after removal of any coarse aggregate and then grinding the remainder material. The chemical analysis used to determine the loss on ignition, acid insoluble residue and alumina. Later, with the use of Atomic Absorption Spectrophotometry the concentration of calcium, magnesium, iron, sodium and potassium were determined. The mineralogical studies were carried out using XRD and SEM analyses. XRD analysis confirmed that the plasters were mainly composed of calcite and quartz.

Maravelak-Kalaitzaki et al. (17), through their research found that the cement and polymer-based mortars, that are used for repairing the original mortars on ancient structures, were responsible for damage of the adjacent stone blocks. It was also observed that the deterioration rate of the ancient mortar was higher with the use of the above said repair mortars. To counter this the methodology for the synthesis of mortar with physicochemical compatibility with original mortars with the use natural raw materials, was developed.

The repair mortar selected contained natural hydraulic lime with pozzolanic additions as binding material and aggregates of silice-



Rys. 1. Schemat blokowy technik analitycznych do zbadania składu zaprawy antycznej (18)

Fig. 1. Flow chart of analytical methods for material examination of ancient mortar (18)



była podobna, porowatość była różna, ale wystarczająco zgodna z zaprawą pierwotną. Stosowane wcześniej zaprawy z cementu nie miały porowatości odpowiadającej oryginalnej zaprawie, co prowadziło w przypadku krystalizacji nowych faz, do powstawania ciśnień wywołujących pęknięcia i niszczenie starożytnych elementów (17).

### 3. Techniki analityczne do badania starych zapraw murarskich

Aby zastosować techniki analityczne, należało przede wszystkim ustalić program badań, na przykład określenie rozmiaru cząstek, ich kształtu, składu mineralnego materiału i mikrostrukturę elementu. Schemat blokowy stosowanych technik analitycznych przedstawiono na rys. 1 (18).

Schemat blokowy przedstawia techniki analityczne stosowane w celu zbadania składu i mikrostruktury wybranych materiałów, np. zaprawy i cegieł. Oprócz samego zbadania składu starej zaprawy, w celu opracowania zaprawy zastępczej należy ocenić jej funkcjonalność i właściwości. Rozwiązuje to w znacznym stopniu problem kompatybilności zaprawy zastępczej z zaprawą starą.

### 4. Znaczenie badań

Niniejsze badania obejmują zbadanie składu mineralnego i właściwości fizycznych pływających cegieł w Indiach, wykonanych 800 lat temu w 1213 r. n.e., zastosowanych w miejscu nominowanym do listy światowego dziedzictwa. Były to porowate, wypalane z gliny cegły, o dużych rozmiarach, które unosiły się na wodzie. Zainteresowanie badawcze tymi ceglami wynikało głównie z ich specyficznych właściwości, a przede wszystkim z pływania w wodzie, lekkości i zdolności do wzrostu wytrzymałości, w większym stopniu niż obecne cegły pierwszej klasy. Badając materiał nowoczesnymi metodami analitycznymi, można było ustalić przyczynę tych szczególnych właściwości. Ponadto, dzięki poznaniu ich właściwości możliwe było uzyskanie podobnych cegieł, które można byłoby zastosować do wznoszenia niektórych części rekonstruowanej kopuły części Sanctum Sanctorum Świątyni. Dzięki poznaniu procesu produkcji, istnieje możliwość wytwarzania lekkich cegieł, które mogą być stosowane do budowy ścian, zmniejszając rozmiary przekroju różnych elementów konstrukcyjnych, a mianowicie płyt, belek, słupów i fundamentów. To z kolei prowadziło do ekonomicznego budownictwa.

Jest wiele nowoczesnych metod, które mogą służyć do poznania szczególnych właściwości lekkich cegieł i przybliżyć technologię ich wytwarzania. Metody, które są najczęściej stosowane są następujące:

- skaningowa mikroskopia elektronowa i transmisyjna mikroskopia elektronowa,
- rentgenografia,
- spektroskopia w podczerwieni, z transformacją fourierowską.

ous sand and crushed bricks. Good workability was achieved with this combination. Later for the evaluation of the proposed repair mortar capillarity and porosity were measured. The capillarity of the repair mortar and original mortar were similar, the porosity varied but was compatible enough, with the original mortar. The cement-based mortars used previously had no compatible porosity to the original mortar, which lead to salt pressure, thereby cracking and deterioration. (17)

### 3. Analytical methods for old mortar examination

For conducting analytical methods, firstly the objectives need to be fixed, like finding the particle size, shape and mineral composition. The flow chart of the analytical methods conducted is shown in Fig.1 (18).

The flow chart clearly shows the analytical methods to draw inference about the mortars/bricks. Apart from just characterizing the old mortar for the development of substitute mortar, the functionality of the mortar need to be assessed and relevant tests corresponding to the same have to be conducted. This resolves the compatibility issue to a great extent of the substitute mortar with the pre-existing mortar.

### 4. Research significance

The present study is on the material characterization and physical properties of floating bricks in India constructed 800 years ago in 1213 AD, a World Heritage nominated site. These bricks were porous burnt clay bricks of large size that floats in water. The research interest on these bricks was mainly because of its unique characteristics like floating in water and being light in weight and able to develop strength more than First Class Bricks. Through material characterization using modern analytical techniques, the reason behind these unique characteristics can be identified. Also, through this characterization it would be possible to develop a brick with similar characteristics and can be used for construction in certain portion of reconstruction of dome of the sanctum sanctorum portion of the Temple. In addition to that, with the characterization of brick, there is an immense possibility of developing light mass bricks, that can be used in constructing walls that would impose minimal dead weight, thereby, reducing the section sizes of various structural elements namely slabs, beams, columns and foundation. This in turn would lead to economic construction.

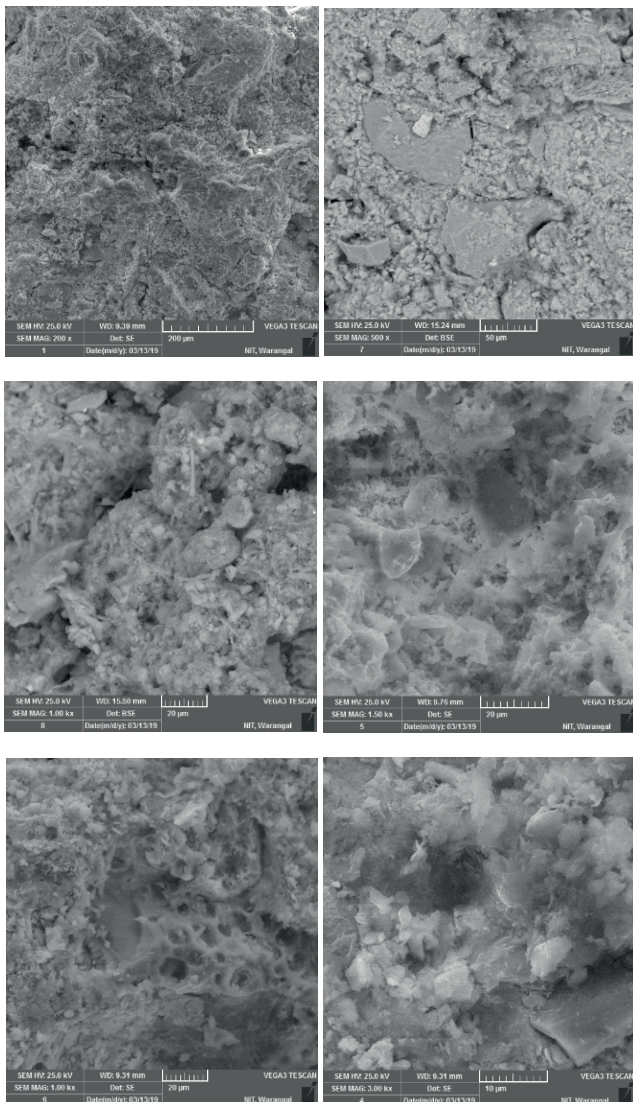
There are many modern methods that have been developed. These methods that are commonly used are the following:

- Scanning Electron Microscopy & Transmission Electron Microscopy [SEM & TEM]
- X-Ray Diffraction Methods [XRD]
- Fourier transformation Infrared Spectroscopy [FTIR]

## 5. Wyniki i dyskusja

### 5.1. Analiza obrazów pod skaningowym mikroskopem elektronowym

Na obrazach pod skaningowym mikroskopem elektronowym stwierdzono, że próbki cegieł zawierały puste przestrzenie, o różnej wielkości od 10  $\mu\text{m}$  do 100  $\mu\text{m}$ . Ponadto są to pory zamknięte, które nie są ze sobą połączone, co wyjaśnia dużą lekkość cegieł, mniejszą od wody. Po drugie, pod powiększeniem 10  $\mu\text{m}$  i 20  $\mu\text{m}$  widoczne są białe kryształy, które są kryształami kalcytu. Po trzecie, cząstki piasku, które głównie składają się z kwarcu, występują obok kryształów kalcytu. Na rysunkach 2 i 3 przedstawiono wyniki obserwacji pod skaningowym mikroskopem elektronowym, odpowiednio próbek cegieł 01 i 02.



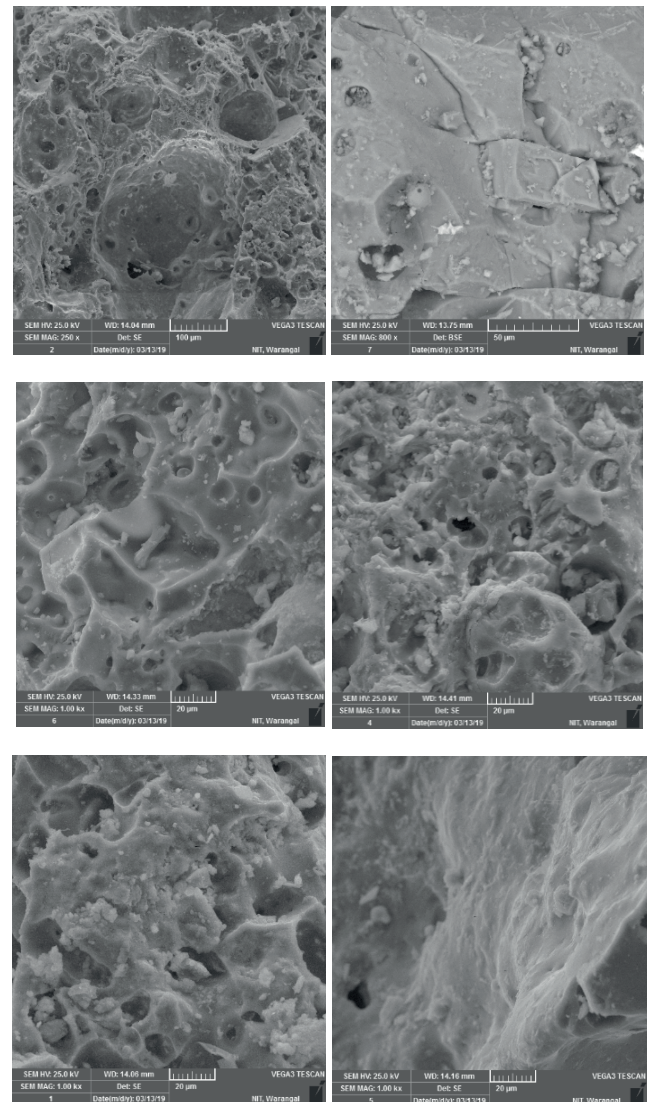
Rys. 2. Mikrostruktura próbki z cegły 01 przy różnych powiększeniach 200  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$  i 10  $\mu\text{m}$ . Występują pustki, kryształy kalcytu i kwarcu. Skupienie kalcytu, prawdopodobnie z karbonatyzacji fazy C-S-H, na dolnym zdjęciu po lewej stronie

Fig. 2. SEM images of brick sample-01 at different magnifications of 200  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$  and 10  $\mu\text{m}$ , showing the presence of voids, calcite crystals and quartz

## 5. Results and discussions

### 5.1. SEM analysis

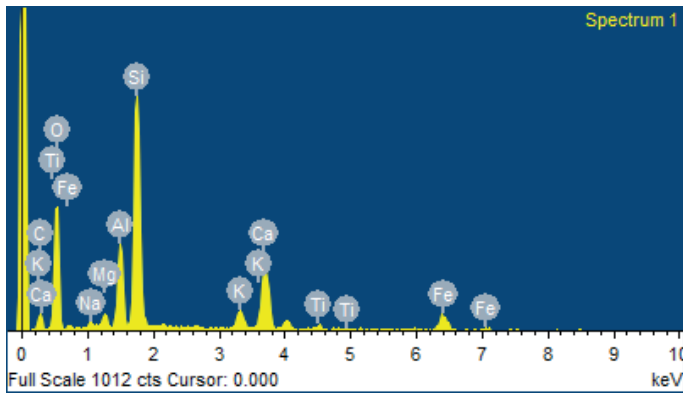
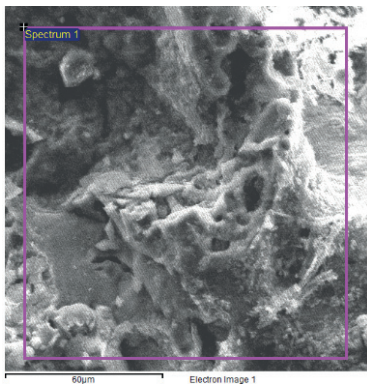
From the SEM images of the brick sample at different magnifications 200  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$  various salient features were observed. Firstly, the bricks samples are composed of voids of various sizes ranging from 10  $\mu\text{m}$  to 100  $\mu\text{m}$ . Also, from the images it is clear that the pores are not interconnected. This illustrates the light mass characteristic of the brick sample and why this brick is floating in water. Secondly, at the magnifications as high as 10  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$ , there are white crystals which are the calcite. Thirdly, there are sand particles which are basically quartz mineral surrounding the calcite crystals. Figs. 2 and 3 show the SEM image results of Brick Sample 01 and Brick Sample 02 respectively.



Rys. 3. Mikrostruktura próbki cegły 02 przy różnych powiększeniach 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$  i 20  $\mu\text{m}$ , pokazujące przestrzenie puste, kryształy kalcytu i kwarcu

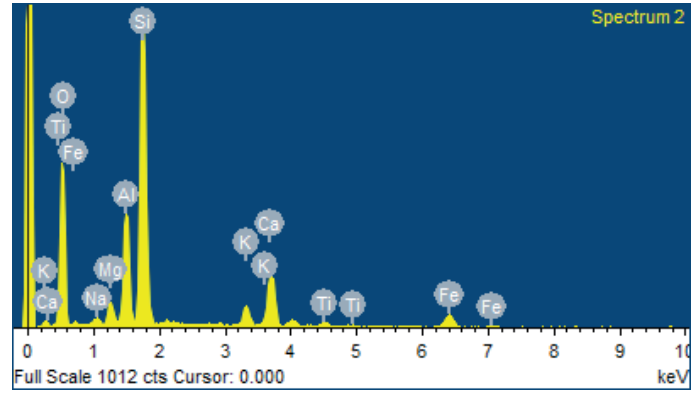
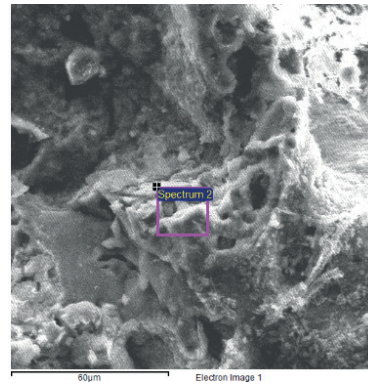
Fig. 3. SEM images of brick sample-02 at different magnifications of 100  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$ , showing the presence of voids, calcite crystals and quartz





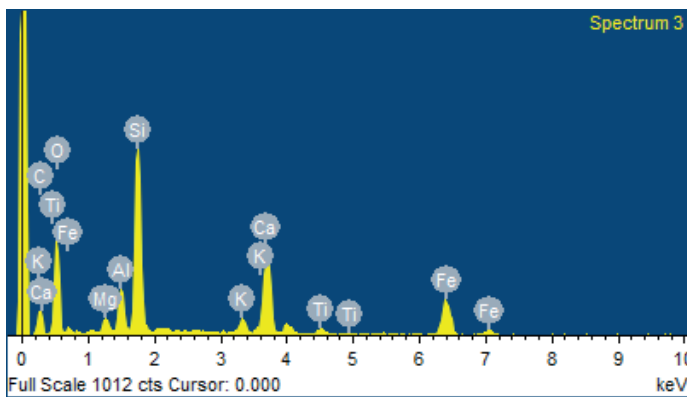
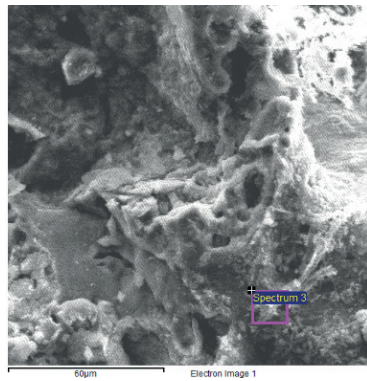
Rys. 4. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 01

Fig. 4. EDS-01 microanalysis of brick sample-01



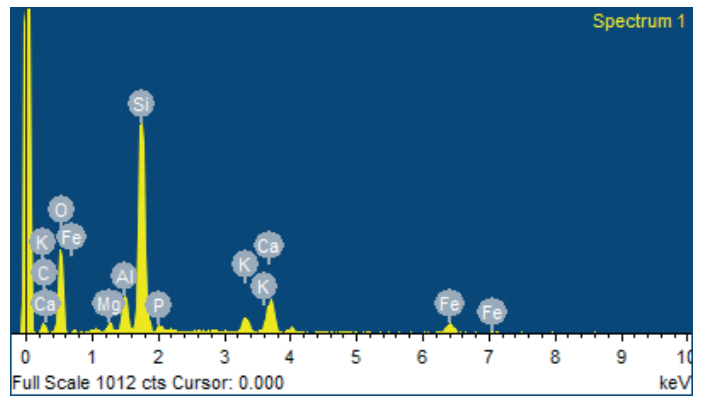
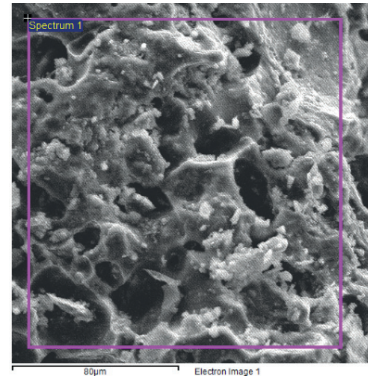
Rys. 5. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 01

Fig. 5. EDS-02 microanalysis of brick sample-01



Rys. 6. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 01

Fig. 6. EDS-03 microanalysis of brick sample-01



Rys. 7. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 02

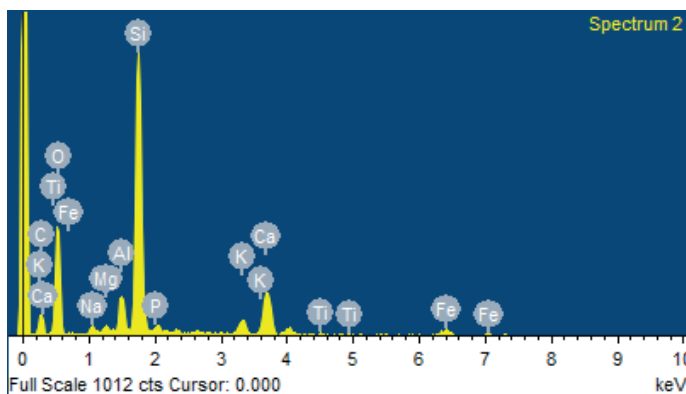
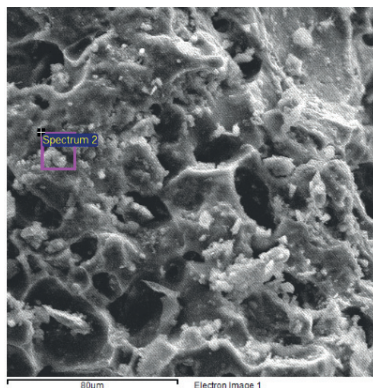
Fig. 7. EDS-01 microanalysis of brick sample-02

## 5.2. Analiza widm charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego

Obrazy widm promieniowania rentgenowskiego próbek cegieł pokazano na rysunkach 4, 5 i 6 odpowiednio dla próbki cegły 01 i na rysunkach 7, 8 i 9 dla próbki cegły 02. Na podstawie analizy widmowej obliczono średni skład procentowy próbek, który podano w tablicach 1 i 2 odpowiednio dla próbek z cegieł 01 i 02. Z analiz tych widm wynika, że głównymi składnikami cegieł są:  $\text{SiO}_2$  - 68,68% do 69,75%,  $\text{CaCO}_3$  - 11,41% do 18,79%, a następnie tlenek glinu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i żelaza  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Mniejszą zawartość ma również wollastonit [ $\text{CaSiO}_3$ ], którego skład teoretyczny zawiera 48,28%  $\text{CaO}$  i 51,72%  $\text{SiO}_2$ . Z innych faz występują śladowe ilości skalenia i albitu. Na podstawie tych składników można wnioskować, że cegła została wykonana z gliny zmieszanej z wapniem, zawiera bowiem pochodne minerałów ilastych, a mianowicie  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , a także  $\text{CaCO}_3$  i powstały w procesie prażenia wollastonit.

## 5.3. Analiza dyfraktogramów

Analizę dyfraktogramów przeprowadzono na sproszkowanej próbce cegły. Z wykresu uzyskanego pomiędzy kątem dyfrakcji  $\text{Cu}_{\text{ka}}$  a liczbą zliczeń, na przykład rys. 10 i 11, zidentyfikowano różne refleksy przy użyciu oprogramowania High Score Plus. Głównymi zidentyfikowanymi minerałami były kwarc i kalcyt. W próbce występowały także refleksy pochodzące od hematytu. Ponadto, analiza ta uzupełnia analizę składu chemicznego metodą SEM-EDS, której wyniki wskazywały na zawartość kwarcu i kalcytu.



Rys. 8. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 02

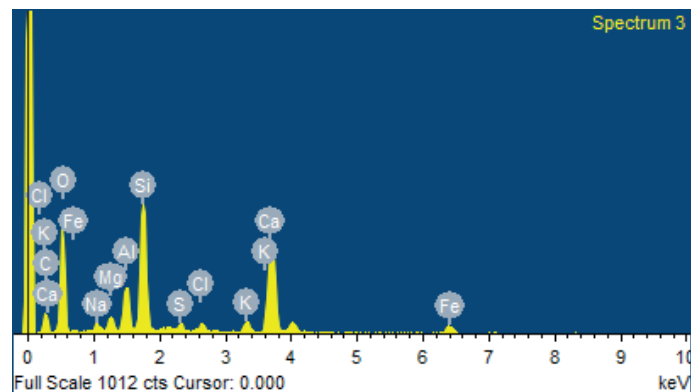
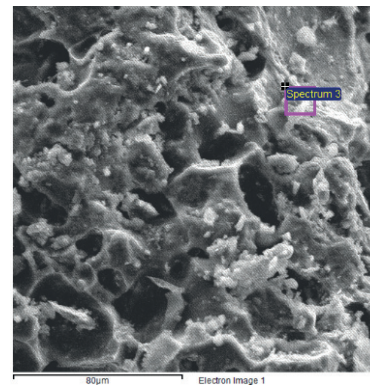
Fig. 8. EDS-02 microanalysis of brick sample-02

## 5.2. EDS-Spectrum analysis

Energy Dispersive Spectrum [EDS] analysis is used for determining the chemical composition of the samples. The EDS images of brick samples are shown in Figs. 4, 5 and 6 for brick sample 01 and Figs. 7, 8 and 9 for brick sample 02 respectively. From the spectrum analysis, the average percentage composition of the samples was calculated and are given in Tables 1 and 2 for brick sample 01 and brick sample 02 respectively. It can be observed from the spectrum analysis that the major composition of the brick consisted of  $\text{SiO}_2$  with 68.68% to 69.75%,  $\text{CaCO}_3$  with 11.41% to 18.79%, followed by alumina [ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ] and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Also, it was found wollastonite [ $\text{CaSiO}_3$ ], whose theoretical composition is: 48.28%  $\text{CaO}$  and 51.72%  $\text{SiO}_2$ . In addition, there are some traces of feldspar and albite. Hence, from the chemical composition it can be concluded that the brick was made of clay mixed with limestone, because it contains derivatives of clay minerals, namely  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , as well as  $\text{CaCO}_3$  and wollastonite formed during the calcination process.

## 5.3. XRD analysis

The diffraction patterns analysis was conducted on the powder samples of the brick. From these diffraction patterns obtained between  $\text{Cu-}2\theta$  Diffraction angle and number of counts as per Figs. 10 and 11, various peaks were identified using High Score Plus software. The main minerals identified were quartz and calcite. There were peaks depicting the  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  mineral in the sample. Also, this analysis complements the SEM-EDS analysis with the chemical composition indicating the presence of quartz and calcite.



Rys. 9. Mikroanaliza rentgenowska próbki cegły 02

Fig. 9. EDS-03 microanalysis of brick sample-02

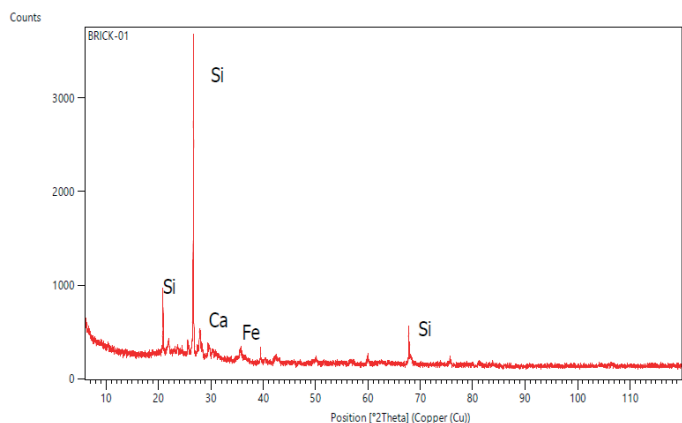


Tablica 1 / Table 1

ANALIZA CHEMICZNA PRÓBKII CEGŁY 01

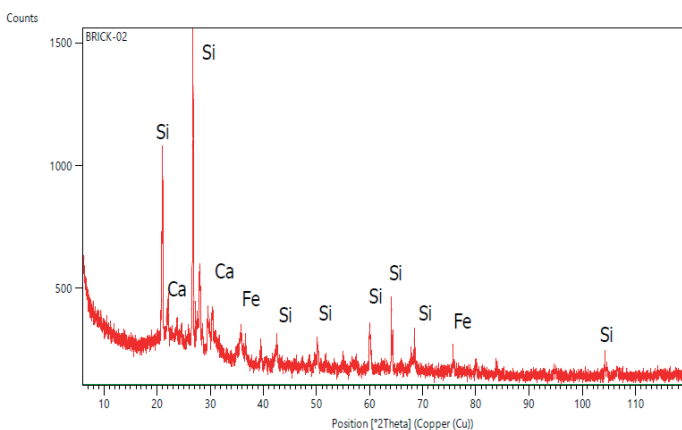
CHEMICAL COMPOSITION OF BRICK SAMPLE-01

Składnik / Component	Zawartość / Content, %
SiO <sub>2</sub>	69.75
CaCO <sub>3</sub>	11.41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.35
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.18
MgO	1.38
Wollastonite / Wollastonit	5.53
Feldspar/ Skaleń	1.35
Albite / Albit	0.50
Ti	0.55



Rys. 10. Dyfraktogram próbki cegły 01; refleksy kwarcu [Si], kalcytu [Ca] i hematytu [Fe]

Fig. 10. Diffraction pattern of brick-01 sample showing the major peaks of quartz [Si], calcite [Ca] and hematite [Fe]



Rys. 11. Dyfraktogram próbki cegły 02; refleksy kwarcu [Si], kalcytu [Ca] i hematytu [Fe]

Fig. 11. Diffraction pattern of brick-02 sample showing the major peaks of quartz [Si], calcite [Ca] and hematite [Fe]

5.4. Analiza widm w podczerwieni

Widma w podczerwieni z transformacją Fouriera dla próbek cegieł 01 i 02 przedstawiono odpowiednio na rysunkach 12 i 13. Pasma przy 3434 cm<sup>-1</sup> w obu próbkach wskazują na drgania rozciągające

Tablica 2 / Table 2

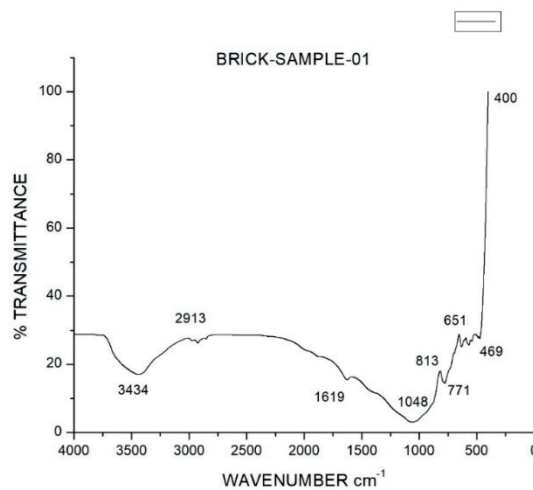
ANALIZA CHEMICZNA PRÓBKII CEGŁY 02

CHEMICAL COMPOSITION OF BRICK SAMPLE-02

Składnik / Component	Zawartość / Content, %
SiO <sub>2</sub>	68.38
CaCO <sub>3</sub>	18.79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.82
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.04
MgO	0.87
Wollastonite / Wollastonit	4.28
Feldspar/ Skaleń	1.81
Albite / Albit	0.34
Ti	0.10
Lack /Brak	0.58

5.4. FTIR analysis

Infrared spectra with Fourier transformation of the brick samples 01 and 02 are presented in Figs. 12 and 13 respectively. The bands at 3434 cm<sup>-1</sup> in the both samples indicate the OH stretching vibration. The doublet 2913/2914 cm<sup>-1</sup> and 2922/2923 cm<sup>-1</sup> respectively for samples 01 and 02 is due to the aliphatic CH<sub>2</sub>. H-O-H bending vibration is responsible for the band at 1619/1638 cm<sup>-1</sup>. The Si-O vibrations of quartz are responsible for the bands occurring at 771/781 cm<sup>-1</sup> and 649/651 cm<sup>-1</sup>. Also to the band at 554 cm<sup>-1</sup>, we could assign Fe-O of magnetite in the sample. In addition, the band at 476/469 cm<sup>-1</sup> is due to Si-O-Si bending vibration. In clay minerals, at about 500°C firing temperature very weak Al-OH bands of kaolinite at 3700 and 3620 cm<sup>-1</sup> disappear. At 500°C these bands disappeared indicating that the clay minerals were decomposed at temperature about 500°C. Also, on firing the clay minerals at temperature about 600°C, the silicates collapse, resulting in the disappearance of shoulders around 1100 and 915 cm<sup>-1</sup>. These bands are due to the Si-O stretching vibrations and inner hydroxyl bending vibrations respectively. As in the FT-IR spectrums of brick



Rys. 12. Widmo w podczerwieni z transformacją Fouriera próbki cegły 01

Fig. 12. FTIR spectrum of the brick-01 sample

OH. Dublet 2913/2914  $\text{cm}^{-1}$  i 2922/2923  $\text{cm}^{-1}$  odpowiednio dla próbek 01 i 02 jest spowodowany alifatycznym  $\text{CH}_2$ . Drgania zginające H-O-H odpowiedzialne są za pasmo przy 1619/1638  $\text{cm}^{-1}$ . Drgania Si-O kwarcu są odpowiedzialne za pasma występujące przy 771/781  $\text{cm}^{-1}$  i 649/651  $\text{cm}^{-1}$ . Również do pasma przy 554  $\text{cm}^{-1}$ , możemy przypisać Fe-O magnezytu do próbki. Co więcej, pasmo przy 476/469  $\text{cm}^{-1}$  jest spowodowane drganiami zginającymi Si-O-Si. W minerałach ilastych, w temperaturze wypalania około 500°C zanikają bardzo słabe pasma hydroksylowe nieuporządkowanego kaolinitu przy 3700 i 3620  $\text{cm}^{-1}$ . W temperaturze 500°C pasma te nie występowały, co wskazuje na to, że minerały ilaste zostały rozłożone w temperaturze około 500°C. Również przy prażeniu minerałów ilastych w temperaturze około 600°C następuje rozpad krzemianów, co powoduje zanik słabych pasm w okolicach 1100 i 915  $\text{cm}^{-1}$ . Pasma te wynikają odpowiednio z drgań rozciągających Si-O i wewnętrznych drgań zginających Al-OH. Podobnie jak w widmach FT-IR próbek cegły 01 i 02, widoczne są pasma przy 1048  $\text{cm}^{-1}$  i 1040  $\text{cm}^{-1}$  wskazujące na to, że temperatura wypalania była niższa od 600°C. Co więcej, to właśnie dzięki temu niskotemperaturowemu wypalaniu minerałów ilastych powstała porowata mikrostruktura cegieł, co z kolei sprawiło, że stały się one lekkie.

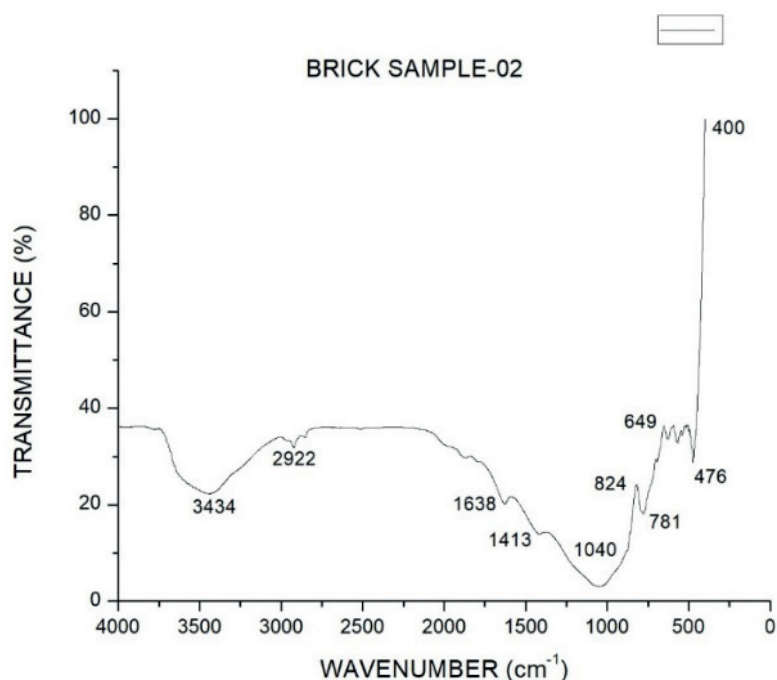
### 5.5. Analiza właściwości fizycznych

Właściwości fizyczne obliczono na podstawie normy IS 2386 część III dla trzech próbek, a średnie wyniki zestawiono w tablicy 3. Gęstość nasypowa otrzymanej próbki wynosiła około 0,428  $\text{g/cm}^3$ , co wskazuje na jej mniejszą gęstość od wody. Gęstość próbki 1,354 wskazuje na lekkość cegły. Zawartość pustych przestrzeni i porowatość, wynoszące około 2,195 i 68,427% potwierdzają dużą ilość porów w ceglach, co jest również widoczne na zdjęciach pod elektronowym mikroskopem skaningowym.

## 6. Wnioski

Charakterystyka materiałowa konstrukcji zabytkowych, przy użyciu nowoczesnych metod analitycznych, jest bardzo pomocna w analizie elementów antycznych, dając tym samym możliwość opracowania zaprawy naprawczej lub elementu konstrukcyjnego o podobnych właściwościach, dla potrzeb renowacji.

Zawartość porów w pływającej cegle jest widoczna na obrazach pod skaningowym mikroskopem elektronowym. Ponadto, porowatość i zawartość pustych przestrzeni wynoszące odpowiednio 68,4% i 2,195 uzyskane z badań zgodnie z IS 2386 część III, pozwalają stwierdzić, że to właśnie porowatość cegieł powoduje, że są one lekkie. Co więcej, pory w ceglach nie są ze sobą połączone, dzięki czemu cegła unosi się na wodzie.



Rys. 13. Widmo w podczerwieni z transformacją Fouriera próbki cegły-02

Fig. 13. FTIR spectrum of brick-02 sample

Tablica 3 / Table 3

### WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE CEGŁY WG IS 2386 CZĘŚĆ III

### PHYSICAL PROPERTIES OF THE BRICK AS PER IS 2386 PART III/

Sample no. Nr próbki	Physical property Właściwość fizyczna	Value Wartość	Jednostka Unity
1	Bulk density/Gęstość nasypowa	0.428	$\text{g/cm}^3$
2	Porosity/ Porowatość	68.4	%
3	Voids Ratio / Współczynnik porowatości <sup>1</sup>	2.195	-
4	Specific Gravity / Gęstość względna	1.354	-

Void ratio / Współczynnik porowatości  $e = P/(1-P)$  where P is porosity / gdzie P to porowatość

samples 01 and 02, the bands at 1048  $\text{cm}^{-1}$  and 1040  $\text{cm}^{-1}$  are visible, indicating that the firing temperature was less than 600°C. Moreover, it is due to this low firing temperature of clay minerals that the porous nature of bricks was established, which in turn made it light mass.

### 5.5. Analysis of physical properties

The physical properties were calculated based on IS 2386 Part III for three trials and the average results are tabulated in the Table 3. The bulk density of the sample was around 0.428  $\text{g/cm}^3$  indicating lower density than of water. The specific gravity of the sample 1.354 indicates the light mass characteristic of the brick. The voids ratio and porosity pertaining to about 2.195 and 68.4% confirm the high content of pores in the bricks which is evident from the SEM images also.

Mikroanalizy rentgenograficzne wskazują na zawartość minerałów, które pozostały w formie kwarcu [68,38%-69,75%], kalcytu [11,41%-18,79%], tlenku glinu [2,82%-5,35%], hematytu [2,04%-4,18%], co świadczy o prażeniu cegieł ceramicznych.

Analizy rentgenograficzne pod elektronowym mikroskopem skaningowym zostały poparte badaniami FTIR, które wykazały występowanie wiązań Si-O, wskazujących na znaczny udział kwarcu. Stwierdzono również, że stosunek Ca/Si mieści się w zakresie od 0,163 do 0,275, co potwierdza większą zawartość krzemionki, w porównaniu z wapnem.

Widma FTIR w zakresie liczb falowych 1048 i 1040  $\text{cm}^{-1}$  wykazują, że temperatura prażenia cegieł była niższa od 600°C. Ta niska temperatura prażenia minerałów ilastych spowodowała również występowanie porów w cegle, co jest widoczne na zdjęciach pod skaningowym mikroskopem elektronowym.

## Literatura / References

1. R. Meli, R. Sánchez-Ramírez, Criteria and experiences on structural rehabilitation of stone masonry buildings in Mexico City. *Int. J. Arch. Herit.* **1**(1), 3-28 (2007). <https://doi.org/10.1080/15583050601123118>
2. S. Sandbhor, R. Botre, A Systematic approach towards Restoration of Heritage Buildings-A Case Study. *IJRET* **2**(3), 229-238 (2013).
3. A.S. Reddy, P.R. Kumar, P.A. Raj, Preference based multi-criteria framework for developing a Sustainable Material Performance Index (SMPI). *Int. J. Sustain. Eng.*, **12**(6), 1-14 (2019) <https://doi.org/10.1080/19397038.2019.1581853>.
4. R. Vicente, S. Legomarsion, T.M. Ferreira, S. Cattari, J.A.R. Mendes de Silva, Cultural Heritage Monuments and Historical Buildings: Conservation Works and Structural Retrofitting. in A. Costa, A. Arêde, H. Varun (Eds.) *Strengthening and Retrofitting of Existing Structures*, Springer Nature, 25-57 (2018).
5. S.M. Titchen, On the construction of 'outstanding universal value': Some comments on the implementation of the 1972 UNESCO World Heritage Convention. *Conserv. Manage. Archa.* **1**(4), 235-242 (1996). <https://doi.org/10.1179/135050396793138971>.
6. UNESCO. Convention concerning the protection of the world cultural and natural heritage. In: General Conference at its Seventeenth Session 1972; 1:135-145.
7. C. Goodwin, G. Tonks, J. Ingham, Identifying heritage value in URM buildings. *J. Struct. Eng. Soc. N. Z.* **22**(2), 16-28 (2009).
8. S. Raja Subramaniam, A Review on Repair and Rehabilitation of Heritage Buildings. *IJRET* **3**(4), 1330-1336 (2016).
9. Y. Korany, Effective techniques for restoration of heritage masonry. *IJMSI* **5**, 36-150 (2011).
10. A.S. Reddy, P.R. Kumar, P.A. Raj, Developing a Material Sustainable Performance Score (MSPS) to select an alternative Cementitious Material. *Cem. Wapno Beton*, **24**(1), 68-76 (2019). <https://doi.org/10.32047/CWB.2019.24.1.7>.
11. M. Singh, SujataWaghmareS.Vinodh Kumar, Characterization of lime plasters used in 16<sup>th</sup> century Mughal monument, *J. Archaeol. Sci.* **42**(12) 430-434 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.jas.2013.11.019>.
12. M. Singh, Analysis and Characterization of Charminar lime plaster. *Curr. Sci. India* **64**(10), 760-764 (1993).

## 6. Conclusions

The material characterization of heritage structures using modern analytical methods, is definitely very helpful in analyzing the ancient components, thereby providing a possibility for developing a repair mortar or a structural component, of similar properties, for the restoration.

The presence of pores in the floating brick is evident from the SEM images. In addition, the porosity percentage and voids ratio of 68.4% and 2.195 respectively obtained from the tests as per IS 2386 Part III, can be summarized that it is this porous nature of bricks that it makes them very light. Also, the pores of the bricks are not interconnected, making the brick floating in water.

The chemical composition and XRD analyses indicate the presence of minerals like quartz [68.38%-69.75%], calcite [11.41%-18.79%], montmorillonite [2.82%-5.35%], hematite [2.04%-4.18%], which shows the evidence of the burnt clay bricks.

The SEM-EDS analysis was supported by the FTIR analysis which determined the presence of Si-O bonding depicting the presence of quartz mineral to a large extent. Also, the Ca/Si ratio was found to be in the range of 0.163 to 0.275, confirming the presence of higher quantity of silica compared to lime.

FTIR spectrums at 1048 and 1040  $\text{cm}^{-1}$  wavenumbers indicated that the firing temperature of bricks was lower than 600°C. This low temperature firing of clay minerals was also responsible for the presence of pores in the brick which is evident from the SEM images.



13. M. Dupas, A.E. Charola, A simplified chemical analysis system for the characterization of mortars. *Second Int. Colloq. on Material Science and Restoration, Esslingen*, 309–312 (1986).
14. R. Ravi, S. Thirumalini, N. Taher, Analysis of ancient lime plasters – Reason behind longevity of the Monument Charminar, India a study. *J. Build. Eng.* **20**, 30-41 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2018.04.010>
15. S.M. Surendran, R. Ravi, S. Subramani G, S. Chattopadhyay, Characterization of Ancient Mortars of Veppathur Temple. *IJCET* **8**(4), 2132–2139 (2017).
16. M. Aslam, Studies on Taj Mahal Plasters, *Stud. Conserv.* **35**(2), 102-106 (1990). <https://doi.org/10.2307/1506199>
17. P. Maravelaki-Kalaitzaki, A. Bakolas, I. Karatasios, V. Kilikoglou, Hydraulic lime mortars for the restoration of historic masonry in Crete. *Cem. Concr. Res.* **35**(8) 1577-1586 (2005). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.09.001>
18. M.R. Veiga, J. Aguiar, A. S. Silva, F. Carvalho, Methodologies for characterisation and repair of mortars of ancient buildings. in P.B. Lourenço, P. Roca (Eds.), *Historical constructions, Guimarães*, 353-362 (2001).