



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO - UFMA**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS DE SÃO BERNARDO – CCSB**  
**CURSO DE LICENCIATURA EM CIÊNCIAS NATURAIS - QUÍMICA**

**NAELY ARAÚJO BARBOSA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE ARGILAS: UM OLHAR**  
**FÍSICO-QUÍMICO DA OBTENÇÃO DE CERÂMICA NA REGIÃO DO BAIXO**  
**PARNAÍBA**

São Bernardo – MA

2024

**NAELY ARAÚJO BARBOSA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE ARGILAS: UM OLHAR  
FÍSICO-QUÍMICO DA OBTENÇÃO DE CERÂMICA NA REGIÃO DO BAIXO  
PARNAÍBA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Licenciatura em Ciências Naturais com Habilitação em Química da Universidade Federal do Maranhão – Centro de Ciências de São Bernardo, para obtenção do grau de Licenciada em Ciências Naturais com Habilitação em Química.

**Orientador (a):** Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel

São Bernardo – MA


2024

**NAELY ARAÚJO BARBOSA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE ARGILAS: UM OLHAR  
FÍSICO-QUÍMICO DA OBTENÇÃO DE CERÂMICA NA REGIÃO DO BAIXO  
PARNAÍBA**

Aprovado em 25 / 09 / 2024


**BANCA EXAMINADORA**

Documento assinado digitalmente  
 **THIAGO TARGINO GURGEL**  
Data: 27/09/2024 13:41:30-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel (Orientador)**


Universidade Federal do Maranhão  
Centro de Ciências de São Bernardo

Documento assinado digitalmente  
 **BENEDICTO AUGUSTO VIEIRA LIMA**  
Data: 27/09/2024 14:37:08-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Prof Dr. Benedicto Augusto Vieira Lima (Examinador)**

Universidade Federal do Maranhão  
Centro de Ciências de São Bernardo

Documento assinado digitalmente  
 **JEFFERSON ALMEIDA ROCHA**  
Data: 27/09/2024 16:28:48-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Prof. Dr. Jefferson Almeida Rocha (Examinador)**

Universidade Federal do Maranhão  
Centro de Ciências de São Bernardo

Dedico este trabalho aos meus queridos pais, Maria do Socorro da Silva Araújo e Carlos Antônio da Silva Barbosa, por toda dedicação e por sempre cuidarem de mim durante todo o meu percurso acadêmico, assim como na vida.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pela vida, por me conceder proteção, saúde e coragem para enfrentar todos os momentos difíceis e bons, sem Ele não seria possível alcançar essa etapa da minha vida.

Aos meus queridos pais, Maria do Socorro da Silva Araújo e Carlos Antônio da Silva Barbosa, que são a minha base, minha motivação para tanta dedicação, que sempre estiveram ao meu lado, que mesmo com todas as dificuldades enfrentadas durante todo o processo se fizeram presentes a toda maneira e que sempre fizeram de tudo para ajudar. Me ensinaram o que há de mais bonito, a humildade e respeito para qualquer situação, expresso a minha eterna gratidão.

Agradeço também aos meus irmãos, Bárbara e Arthur, por permanecerem ao meu lado no decorrer do tempo oferecendo força, apoio e confiança. À minha querida avó, Margarida, com todo o seu amor e bondade, que sempre serviu de incentivo de coragem para mim. Aos meus primos e familiares que sempre me encorajaram a ir além.

Aqui presto também meus agradecimentos aos amigos de turma, em especial às minhas amigas Francisca Samires, Grasiely Aguiar, Sabrina Kelly e Miriane, pelo companheirismo, pela ajuda oferecida, por cada palavra de incentivo e por dividir todos os momentos felizes e tristes vivenciados ao longo do curso e na vida. Sou grata por ter conhecido essas pessoas incríveis, tornaram o processo mais leve.

Ao meu professor e orientador Thiago Targino Gurgel, a quem devo agradecer por todo cuidado, paciência e ensinamentos durante o curso e pela boa orientação para desenvolver o Trabalho de Conclusão de Curso.

Aos demais professores que se fizeram presentes durante meu trajeto na vida escolar e principalmente na universidade. Deixo aqui meus agradecimentos ao Grupo de Pesquisa e Ensino de Física – GPEF, pelas experiências trocadas durante o curso.

Agradeço também à Instituição Formadora por todas as possibilidades e oportunidades ofertadas, sem dúvidas todas elas cooperaram na minha vida profissional e social. À todas as pessoas e colegas que de alguma forma fizeram parte ou colaboraram na minha formação acadêmica.

*“Plante seu jardim e decore sua alma,  
ao invés de esperar que alguém lhe  
traga flores. E você aprende que  
realmente pode suportar, que realmente  
é forte, e que pode ir muito mais longe  
depois de pensar que não se pode mais.  
E que realmente a vida tem valor e que  
você tem valor diante da vida!”*

-William Shakespeare

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Localização Cerâmica Magalhense 6,2 km	21
Figura 2 - Localização Cerâmica São Jorge/ 93 km	22
Figura 3 - Localização Cerâmica Fortaleza/ 108 km	22
Figura 4 - Argila Pura de Araiões/MA	23
Figura 5 - Argila Fraca de Araiões/MA	23
Figura 6 - Argila Mista de Araiões/MA	23
Figura 7 - Argila de Buriti dos Lopes/PI	24
Figura 8 - Fluxograma das etapas do trabalho	28
Figura 9 - FRX da Argila Pura- São Bernardo/MA	29
Figura 10 - FRX da Argila Mista- São Bernardo/MA.	30
Figura 11 - FRX da Argila Fraca- Araiões/MA.	31
Figura 12 - FRX da Argila Mista- Araiões/MA.	32
Figura 13 - FRX da Argila da fábrica Buriti dos Lopes/PI.	33
Figura 14 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_01	34
Figura 15 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_02	36
Figura 16 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_03	37
Figura 17 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_04.	38
Figura 18 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_05.	40
Figura 19 - Curva de termogravimetria da amostra ARG_06.	41
Figura 20 - Sedimentação.	42
Figura 21 - Coleta do material sobrenadante.	42
Figura 22 - Material coletado.	43
Figura 23 - Material após secagem.	43

## Sumário

1 INTRODUÇÃO	14
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
2.1 Argila	17
2.2 Fluorescência de Raios X	18
2.3 Análise Térmica	19
2.4 Separação de Misturas	20
2.5 Difração de Raios X (DRX)	21
2.6 Importância da caracterização química e estrutural da argila	22
3 METODOLOGIA	24
3.1 Amostras	25
3.2 Análise por Fluorescência de Raios X	28
3.3 Análise Termogravimétrica	29
3.4 Separação de Misturas	30
3.5 Difração de Raios X	31
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	48
6. PERSPECTIVAS FUTURAS	50
REFERÊNCIAS	52



## RESUMO

Existem setores industriais em alguns municípios da região do baixo Parnaíba que prestam suas produções à fabricação de materiais cerâmicos. A argila da região apresenta uma rica gama de elementos químicos a tornam uma rica matéria prima neste seguimento industrial. Nesse estudo, investigou-se a caracterização estrutural das argilas utilizadas como matéria-prima na obtenção de cerâmica com o intuito de analisar a composição química, características físicas e estruturais, afim de verificar as suas propriedades e possibilidades de serem aplicadas na indústria. Portanto, foi necessário observar de forma quantitativa a presença dos elementos químicos de cada amostra coletada, além de observar o comportamento térmico, como as mudanças de massa e massa residual. Assim, a pesquisa foi conduzida pela abordagem metodológica quanti-qualitativa, mediante à aplicação de técnicas de análise, como a Fluorescência de Raios-X (FRX), Análise Termogravimétrica (TGA), Termogravimetria Derivada (DTG) e Análise Térmica Diferencial (DTA). Cujos dados da análise de caracterização química obtiveram resultados predominantes para teores de Silício (Si), Alumínio (Al), Ferro (Fe), Potássio (K) e Titânio (Ti) para todas as amostras, bem como resultados quantitativos referentes ao comportamento térmico das argilas, os quais possibilitaram revelar que a análise da composição química e o comportamento térmico das argilas auxiliam em uma visão mais completa sobre a viabilidade e as melhores aplicações para essas amostras específicas de argilas industriais. Dessa forma, o trabalho contribui pode contribuir para a diminuição de rejeitos, tal como prevenir impactos ambientais por elementos pesados e servirá de base para melhorar características relevantes das cerâmicas, como por exemplo a solidez.

**Palavras-chave:** Caracterização físico-química, Argila, FRX, Termogravimetria.

## **ABSTRACT**

There are industrial sectors in some municipalities in the lower Parnaíba region that use their products for the manufacture of ceramic materials. The clay from the region has a rich range of chemical elements, making it a valuable raw material for this industrial segment. In this study, the structural characterization of the clays used as raw material for obtaining ceramics was investigated in order to analyze their chemical composition, physical and structural characteristics, in order to verify their properties and possibilities for application in the industry. Therefore, it was necessary to quantitatively observe the presence of chemical elements in each sample collected, in addition to observing thermal behavior, such as changes in mass and residual mass. Thus, the research was conducted using a quantitative-qualitative methodological approach, through the application of analysis techniques such as X-ray Fluorescence (XRF), Thermogravimetric Analysis (TGA), Derivative Thermogravimetry (DTG) and Differential Thermal Analysis (DTA). The chemical characterization analysis data obtained predominant results for Silicon (Si), Aluminum (Al), Iron (Fe), Potassium (K) and Titanium (Ti) contents for all samples, as well as quantitative results regarding the thermal behavior of the clays, which made it possible to reveal that the analysis of the chemical composition and thermal behavior of the clays help in a more complete view of the viability and best applications for these specific samples of industrial clays. Thus, the work can contribute to the reduction of waste, as well as prevent environmental impacts by heavy elements and will serve as a basis for improving relevant characteristics of ceramics, such as solidity.

**Keywords:** Physicochemical characterization, Clay, XRF, Thermogravimetry.

## 1 INTRODUÇÃO

Em alguns municípios localizados no Baixo Parnaíba- área localizada na mesorregião do Norte Piauiense e Leste Maranhense, existem setores industriais voltados à produção de cerâmica. Nesse contexto industrial são utilizadas diversas técnicas, desde o processo de extração, preparação, mistura, formação, secagem, queima, e resfriamento da matéria-prima utilizada, no intuito de gerar produtos para a comercialização.

A argila possui diversas propriedades que permitem sua aplicação industrial, contudo esta matéria-prima deve passar por diversos processos produtivos para ser transformada em produtos funcionais para o homem (Paz et al., 2015).

Conforme Alexandre (2000), as indústrias cerâmicas utilizam solos argilosos como matéria-prima básica para confecção de seus artefatos. Na indústria de cerâmica vermelha ou estrutural as argilas são empregadas como matéria-prima na fabricação de blocos de vedação e estruturais, telhas, tijolos maciços, tubos e ladrilhos. (Cabral Junior et al., 2005).

Vieira, Holanda e Pinatti (2000) destacam que a argila é uma matéria-prima utilizada na fabricação de vários produtos cerâmicos. As razões para isto são: a) apresenta plasticidade; b) apresenta resistência mecânica após queima adequada para uma série de aplicações; c) possibilita a aplicação de técnicas de processamento simples; e d) é disponível em grandes quantidades. Devido a propriedade de plasticidade estes minerais podem ser utilizados em processos produtivos aplicados para diversas finalidades, como na área cerâmica e em outras áreas tecnológicas (Paz et al., 2015).

Os materiais cerâmicos são componentes essenciais dos materiais de construção da engenharia civil, química, metalúrgica, mecânica, naval, elétrica, eletrônica, aeronáutica e nuclear (Norton, 1973). Conhecendo os ingredientes da argila e da cerâmica, pode-se compreender também as alterações químicas que ocorrem e que se refletem diretamente nas propriedades físicas e químicas da matéria-prima e do produto final (Rocha, 2014).

A necessidade da caracterização química e estrutural das argilas utilizadas em fábricas de cerâmica é relevante, além de obter resultados sobre as propriedades do material, possibilita também a análise da aplicabilidade da mesma na produção de diversos objetos.

A demanda de caracterizar e conhecer as propriedades das matérias-primas empregadas na fabricação de produtos utilizados para a Construção Civil se torna importante, pois, uma vez que se tenha resultados que indiquem a composição da argila, comportamento da matéria-prima antes e após a queima, entre outros resultados, é possível verificar se a matéria prima que está sendo utilizada por uma determinada indústria é realmente indicada para a finalidade a que se dispõe.

Atualmente, técnicas de caracterização comuns à área de Ciência e Engenharia de Materiais têm sido empregadas para identificar, quali e quantitativamente, matérias-primas ao longo do processamento cerâmico (De Oliveira; Hotza, 2011). Além do mais, quando temos a presença de substâncias químicas nocivas na fase de transformação de argila em cerâmica, isto pode significar um problema sério do ponto de vista ambiental (Silva, 2007).

Ao transformar matérias-primas, de modo a torná-las úteis para a sociedade, o homem produz quantidades apreciáveis de resíduos que no momento, em que são produzidos, são inúteis e que, ao longo do tempo, acabam por comprometer o meio ambiente (Fellenberg, 1980). A contínua necessidade, por parte do mercado, de novos produtos cerâmicos dotados de propriedades funcionais sempre melhores, tem notadamente estimulado a pesquisa em direção à aplicação de materiais de baixo custo (Casagrande et al., 2008).

A falta de estudos e testes de análises voltados ao conhecimento científico na área da indústria cerâmica pode acarretar dúvidas sobre a utilização correta de determinada matéria-prima e conseqüentemente, sobre a qualidade do produto final. Esses estudos vêm sendo impulsionados pela necessidade de aprimoramento dos processos de fabricação, em virtude do uso de matérias-primas de menor qualidade atualmente ou de aplicação de peças cerâmicas produzidas com matérias-primas tradicionais (Dos Santos et al., 2017).

Nesse sentido, o objetivo Geral deste trabalho é realizar a caracterização estrutural e química das diferentes argilas que são utilizadas como matéria-prima em

fábricas de produtos cerâmicos localizadas nas cidades de São Bernardo/MA, Araiões/MA e Buriti dos Lopes/PI, através de técnicas como a Fluorescência de Raios X, Análise Termogravimétrica (TGA), Térmica Diferencial (DTA) e Difração de Raios X (DRX).

Temos como objetivos específicos do trabalho:

- Observar de forma quantitativa a presença dos elementos químicos de cada amostra coletada, e estudo o grau de metais pesados contidos nos rejeitos;
- Observar os processos de perda de massa com o aumento da temperatura, chegando a uma temperatura crítica de solidificação dos materiais cerâmicos;
- Adequar os resultados para aplicações na construção civil;
- Criar subsídios que estejam relacionados à melhoria da qualidade de produtos acabados, tais como blocos, tijolos e telhas cerâmicas, através da apresentação da caracterização preliminar das diferentes argilas, através de ajustes na produção perante as informações físico-químicas, tais como adicionando agentes aglutinantes que possam aumentar a rigidez e resistência, dos produtos finais.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A argila é a matéria-prima utilizada na produção de cerâmica, tendo a finalidade para diversos materiais como resultado, sendo estes tijolos, telhas e outros. A caracterização química e estrutural das argilas de fábricas é indispensável, uma vez que os resultados possibilitam o conhecimento científico da matéria-prima e os seus benefícios para serem utilizadas na indústria.

### 2.1 Argila

A argila é um material natural, terroso, de grãos finos, que geralmente adquirem, quando molhados com água, uma espécie de plasticidade; quimicamente, são argilas formadas principalmente por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio (Souza Santos, 1975). As argilas consistem em materiais inorgânicos naturais, geralmente cristalinos, encontrados no solo e nos sedimentos, e suas partículas têm um diâmetro equivalente inferior a 0,002 mm (ou 2  $\mu$  micrômetros) (Lepsch, 2011).

As argilas podem ser classificadas de acordo com os elementos que as compõem e também de acordo com a forma como esses elementos estão organizados em seus cristais. (Lepsch, 2011). A fração argila é composta por argilominerais, que pode ser de grupos diferentes, assim como por óxidos, hidróxidos, matéria orgânica nos mais diversos graus de alteração, materiais não cristalinos, ácidos, bases, apresentando-se estes constituintes em proporções variadas (Alexandre, 2000).

Os argilominerais fazem parte da composição química de diversas argilas, Souza Santos (1989), destaca que:

Todas as argilas são constituídas essencialmente por partículas cristalinas, uma argila pode ser composta por um argilomineral ou por uma mistura de diversos argilominerais. Quimicamente, os argilominerais, são compostos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, contendo ainda, geralmente, certo teor de elementos alcalinos e alcalinos-terrosos, além de minerais (Souza Santos, p. 1989).

Essas argilas possuem geralmente granulometria muito fina, característica que lhes conferem, com a matéria orgânica incorporada, diferentes graus de plasticidade, além da trabalhabilidade e resistência, aspectos importantes para fabricação de uma grande variedade de produtos cerâmicos. (Cabral Junior et al., 2005).

## **2.2 Fluorescência de Raios X**

Existem diversos métodos de análise que são utilizados na caracterização química da argila e um deles é a Fluorescência de Raio X (FRX).

A análise por fluorescência de raios X, é um método qualitativo e quantitativo multielementar baseado na medida das intensidades dos raios X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra (Melo Júnior, 2007).

De acordo com Figueiredo (2010), a análise química por fluorescência de raios X (FRX) é uma técnica rápida, não destrutiva e versátil que permite a determinação qualitativa, semiquantitativa e quantitativa de diversos elementos químicos presentes em uma amostra.

As amostras para FRX podem ser sólidas tais como vidro, cerâmicas, metais, rochas, carvão ou plástico. Elas também podem ser líquidas tipo petróleo, óleo, tinta, soluções, sangue e vinho. É uma técnica muito eficiente, visto que permite determinar a composição química e os metais em baixas concentrações, além de apresentar alta precisão, sensibilidade e exatidão (Scapin, 2003).

A FRX mostra-se como uma técnica muito versátil, podendo ser aplicada em diversas amostras, incluindo as de estado sólido e líquidas, sem necessitar de tratamento exaustivo para a preparação destas matrizes, e também oferecendo a grande vantagem de ser uma técnica analítica não destrutiva (Skoog et al., 2009). Esta técnica analítica também é bastante utilizada em aplicações industriais, que frequentemente requerem rotinas analíticas rápidas para controle de qualidade de seus produtos (Santos et al., 2013).

A FRX demonstra ser uma técnica não apenas inovadora, mas também muito poderosa para se realizar pesquisas de caracterização e análise não destrutivas de materiais em diversas áreas (Nascimento; Oliveira; Anjos; 2017).

### **2.3 Análise Térmica**

Análise térmica é um termo que inclui diversas técnicas nas quais uma propriedade física ou química de uma substância, ou de seus produtos de reação, é monitorada em função do tempo ou da temperatura, enquanto a temperatura da amostra, em uma atmosfera específica, está sujeita a um cronograma controlado (Machado, 2008).

Segundo Cunha e Goes (2022), a análise térmica de compostos desempenha um papel fundamental na identificação e estudo da composição de substâncias, pois permite o reconhecimento de algumas propriedades importantes de compostos para diversos fins. É importante entender e estudar as mudanças térmicas de determinados compostos, assim como os limites de temperatura aos quais podem ser submetidos sem que se comprometa as suas propriedades (Denari; Cavaleiro, 2012).

Durante a queima, os minerais encontrados na argila sofrem importantes transformações de caráter físico e químico. Além disso, podem ocorrer interações entre os diversos minerais constituintes das argilas os quais são também fortemente influenciados pelas condições de queima como atmosfera do forno, temperatura máxima e taxa de aquecimento/resfriamento (Vieira; Monteiro, 2003).

Uma das técnicas de análise térmica mais conhecida e utilizada é a Análise Termogravimétrica (TGA), na qual a variação de massa de uma substância é medida em função da temperatura enquanto ela é submetida a um programa controlado. (Machado, 2008). Outra técnica utilizada é a Termogravimetria Derivada (DTG), neste método são obtidas curvas que correspondem à derivada primeira da curva TGA e nos quais os degraus são substituídos por picos que delimitam áreas proporcionais às alterações de massa sofridas pela amostra (Ionashiro, 2004).



Além da análise Térmica Diferencial (DTA), neste tipo de análise é possível detectar a temperatura inicial dos processos térmicos e qualitativos caracterizando-os como endotérmicos e exotérmico, reversível ou irreversível, transição de primeira ordem ou de segunda ordem (Machado, 2008).

## 2.4 Separação de Misturas

A areia de quartzo ou areia industrial é uma substância natural, coesiva e não plástica, proveniente da desagregação de rochas, com tamanho de partícula variando entre 60 e 2000  $\mu\text{m}$  e com alto teor de sílica ( $\text{SiO}_2 > 90\%$ ), na forma de quartzo (Souza et al., 2014).

Na caracterização de argilas, o elevado teor de quartzo e sua facilidade de orientar-se, resultam em picos bem definidos e de alta intensidade, prejudicando muitas vezes, a identificação e caracterização das demais fases (Albers et al., 2002).

Para realizar o processo de separação dos teores de areia, silte e argila seria necessário o método de peneiramento e pelo princípio da sedimentação, utilizando a Lei de Stokes.

A análise granulométrica visa à quantificação da distribuição por tamanho das partículas individuais de minerais do solo (Donagemma et al., 2017). Para solos que possuem partículas tanto na fração fina, quanto na fração grossa se torna indispensável a análise granulométrica completa, realizando a sedimentação e o peneiramento (De Moraes et al., 2021).

A separação por peneiramento leva a resultados de maior confiabilidade, porém a separação por sedimentação se impõe na diferenciação das frações silte e argila, por não haver peneiras de 0,002 mm (Ruiz, 2005).

Na Lei de Stokes leva-se em consideração que a velocidade de queda de uma partícula em determinado tempo está diretamente relacionada com o diâmetro da partícula.

## 2.5 Importância da caracterização química e estrutural da argila

A importância dos testes de caracterização na seleção de matérias-primas adequadas para a produção de blocos cerâmicos, possibilita avaliar o comportamento das peças a serem produzidas a partir de um conhecimento adequado das jazidas (Macedo et al., 2008).

Na prática cerâmica é muito comum selecionar matérias-primas e formular massas cerâmicas de forma empírica, o que dificulta a padronização do produto final (Santos et al., 2012).

Com esta formulação das massas cerâmicas serem feitas geralmente de forma empírica pelo ceramista com o intuito de ter uma composição ideal de plasticidade e fusão para garantir trabalhabilidade e resistência mecânica de combustão, Cabral Junior et al., (2005) considera que:

A estratégia envolvendo a mistura de uma argila “gorda”, caracterizada pela alta plasticidade, granulometria fina e composição essencialmente de argilominerais, com uma argila “magra”, rica em quartzo e menos plástica, que pode ser caracterizada como um material redutor de plasticidade e que permite a drenagem adequada das peças nos processos de secagem e queima (Cabral Junior et al., 2005, p.)

A sua caracterização tecnológica para avaliar o seu comportamento e poder diagnosticar se o mesmo é adequado para a produção de determinado produto cerâmico é de grande importância (Pérez et al., 2010). Para a utilização da argila em processos industriais é importante e imprescindível a identificação completa do tipo de argila e suas propriedades, uma vez que as propriedades do produto final estão ligadas às características iniciais da matéria-prima (Dutra et al., 2006).

A necessidade de investimento na melhoria de qualidade e produtividade é uma preocupação crescente do setor (Motta; Zanardo; Cabral Júnior, 2001). Para a utilização correta das argilas em processos industriais, é importante uma identificação completa de suas características, uma vez que as propriedades do produto são intimamente dependentes destas (Chaves et al., 2021).

Dentre as várias técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios X é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos (Albers et al., 2002). A análise do cristal é feita quando um feixe de radiação difrata em um cristal de estrutura desconhecida e a medida dos ângulos da difração dos raios nos dá a distância dos átomos no cristal, nos levando a estrutura cristalina (Morais; Silva; Da Silva; 2017).

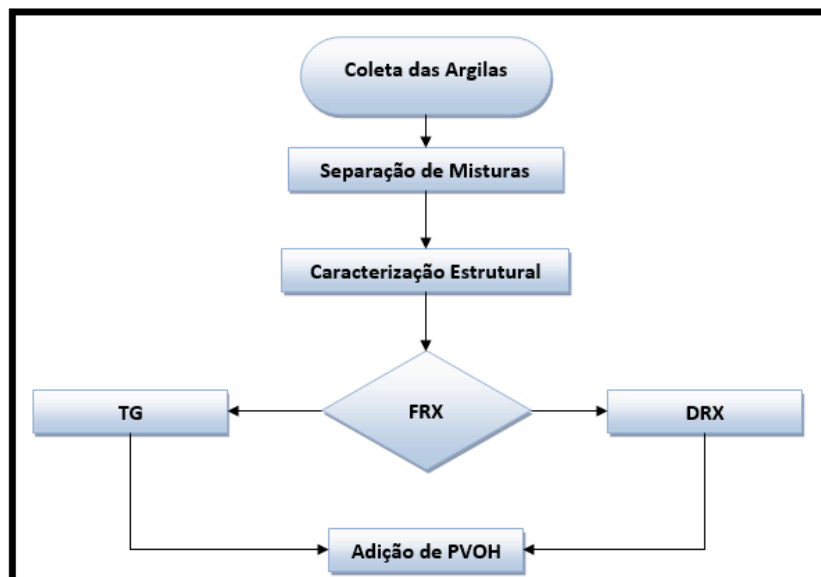
### 3 METODOLOGIA

A seguinte etapa da pesquisa consistiu-se em coletar o material para análise, as fábricas estão situadas na região do Baixo Parnaíba, em seguida realizar as devidas análises químicas e físicas em laboratório (Figura 01).

Esta etapa da análise consistiu-se na determinação da composição química das argilas. Para analisar as características químicas das referentes amostras utilizou-se o auxílio da técnica de fluorescência de raios X (FRX) mostrando, assim, a distribuição dos elementos químicos presentes nas amostras.

A análise térmica das amostras foi submetida para avaliar a estabilidade térmica do material precursor das argilas, estas foram submetidas à Análise Termogravimétrica (TGA), Termogravimetria Derivada (DTG) e Análise Térmica Diferencial (DTA).

Figura 01 - Fluxograma das etapas do trabalho



Fonte: Acervo da autora.

### 3.1 Amostras

As amostras de argila foram cedidas por três fábricas localizadas no Município de São Bernardo/MA, Araioses/MA e Buriti dos Lopes/PI, respectivamente, na (Figura 02) tem-se a localização das fábricas onde foram realizadas as coletas. As referentes fábricas têm as suas produções voltadas principalmente para a fabricação de tijolos e telhas.

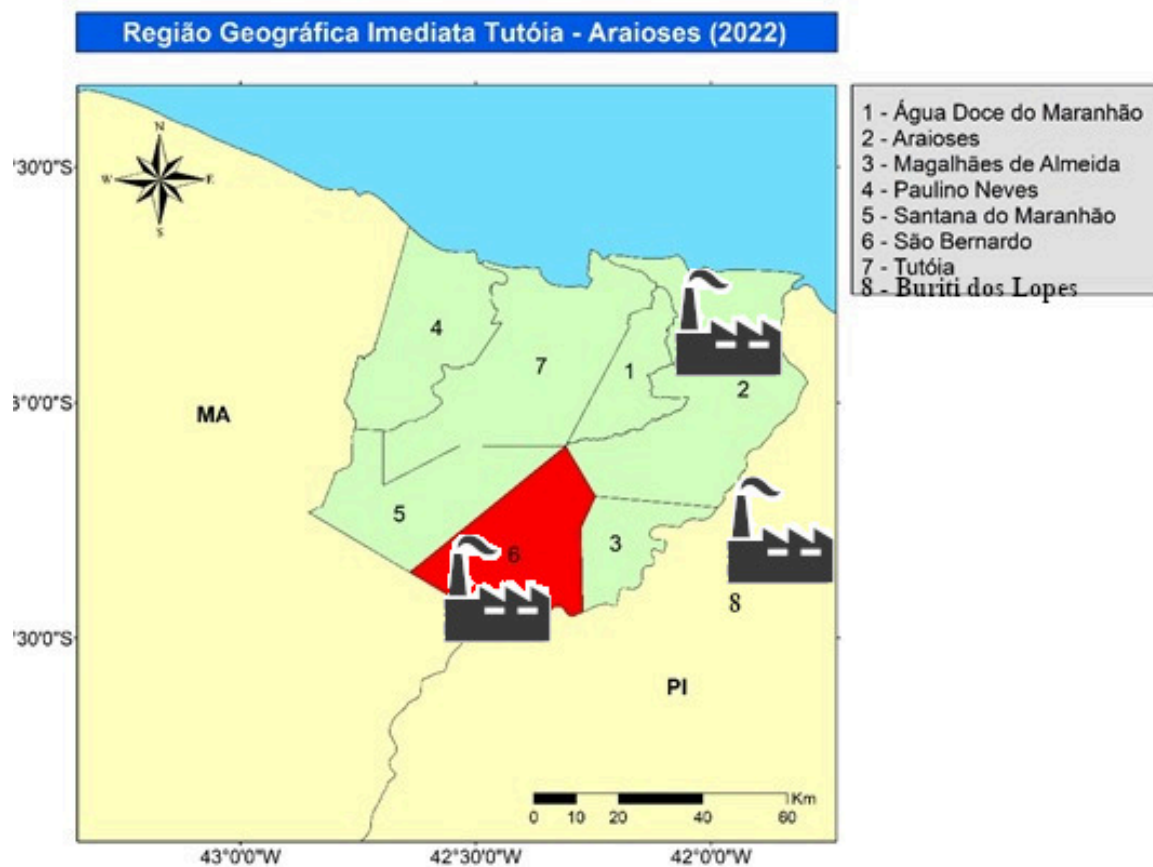


Figura 02- Localização das fábricas

Foram coletados dois tipos de argila da fábrica 01- São Bernardo/MA, três tipos de argila da fábrica 02- Araioses/MA e um tipo de argila da fábrica 03- Buriti dos Lopes/PI. As nomenclaturas adotadas pelos ceramistas para identificar os materiais da fábrica 01 são: Argila Pura N.A.01\_SB e Argila Mista N.A.02\_SB. Para os materiais da fábrica 02: Argila Pura (Figura 03) N.A.03\_AR, Argila Fraca (Figura 04) N.A.04\_AR e

Argila Mista (Figura 05) N.A.05\_AR. Para a fábrica 03 a argila coletada também foi denominada de Argila Mista (Figura 06) N.A.03\_BL.

Figura 03 Argila Pura N.A. 03\_AR



Figura 04 Argila Fraca N.A.04\_AR



Figura 05 Argila Mista N.A.05\_AR



Figura 06 Argila Mista N.A.03\_BL



### 3.2 Análise por Fluorescência de Raios X

As argilas coletadas das fábricas de cerâmica foram secas e trituradas para uniformizar as partículas. O equipamento de Fluorescência de Raios X é o Espectrômetro de Fluorescência de Raios X, que utiliza fonte de raios X e padrões de referência conhecidos de elementos químicos (internos ou externos) para calibração do aparelho. As medidas de FRX foram realizados numa ZSXMini II – Rigaku®, do Laboratório de Difração de Raios X – LRX, do Departamento de Física, da Universidade Federal do Ceará. Este equipamento identifica a presença de elementos químicos de forma quantitativa em porcentagem, com grande precisão.

### **Preparação das Amostras**

As amostras de argilas foram secas em um forno a uma temperatura controlada, em torno de 105 °C para remover a umidade. Após secagem, as amostras são trituradas, podendo serem granuladas até um tamanho específico, menor que 250 µm para garantir uma análise representativa.

As amostras foram compactadas em pastilhas para análise. O espectrômetro de FRX é calibrado utilizando padrões conhecidos. Os ajustes são feitos com base em elementos de interesse para garantir precisão nas análises.

Os materiais foram preparados e colocados na câmara do espectrômetro de FRX, onde os Raios X são emitidos e interagem com a amostra, resultando na emissão de fluorescência característica dos elementos presentes. A intensidade da fluorescência é medida e convertida em concentrações relativas de cada elemento na amostra.

Os dados coletados são tratados utilizando software apropriado que realiza a análise espectral e quantificação.

### **3.3 Análise Termogravimétrica**

O equipamento utilizado foi um STA TG DTA 449F3 Jupiter da marca NETZSCH, do Laboratório de Materiais Avançados, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, da Universidade Federal do Ceará.

As análises foram feitas em cadinho aberto de alumina, gás nitrogênio, taxa de 10°C/min, vazão de 50 mL/min.

Para avaliar a estabilidade térmica do material precursor das argilas, estas foram submetidas à análise Termogravimétrica (TGA). Esse tipo de análise permite quantificar a perda de massa envolvida durante o aquecimento da mesma (Meneses, 2007).

A análise térmica termogravimétrica (TGA) é uma técnica que permite avaliar mudanças de massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo, sob condições controladas. Para realizar uma (TGA) de uma amostra de argila, é importante

seguir um procedimento sistemático que inclui a preparação da amostra, a seleção de equipamentos e o estabelecimento de condições experimentais.

### **Preparação das amostras**

Para cada análise térmica foi utilizada uma quantidade de amostra de argila, esta foi devidamente moída até obter-se um pó fino. O equipamento de Análise Térmica é o Termogravímetro (TG), consiste em um forno ou termobalança com capacidade de controle de temperatura. O equipamento precisa estar calibrado segundo as especificações.

A partir disso, a amostra de argila foi colocada na célula de pesagem do TG, e iniciou-se o aquecimento a partir da temperatura ambiente até atingir a temperatura desejada. O registro das mudanças de massa ao longo do tempo e temperatura é necessário.

Ao analisar as curvas de TGA, identificando os pontos de perda de massa e correlacionando-os com fenômenos térmicos, como a remoção de água (verificação de propriedades hidrofílicas) e decomposição de minerais, é possível comparar os resultados para identificar fases e propriedades da argila.

### **3.4 Separação de Misturas**

A separação das frações granulométricas da argila pode ser feita por dois métodos principais: a peneiração e a sedimentação, cada um aproveitando princípios físicos diferentes.

A peneiração é um método mecânico de separação de partículas baseado no tamanho. Para a argila, que possui partículas muito finas, o processo é geralmente realizado utilizando um conjunto de peneiras com diferentes malhas (fatores de tamanho de abertura variados), balança para pesagem e recipientes para coletar as frações separadas

### **Preparação da Amostra**



A argila a ser separada é umedecida levemente para evitar aglomerações. Isso é importante, pois partículas muito finas tendem a se aglomerar, dificultando a peneiração. A amostra é colocada na peneira de abertura maior e agitada. As partículas maiores ficam retidas na peneira, enquanto as menores caem para baixo, passando por peneiras de malhas progressivamente menores.

À medida que a amostra é peneirada, diferentes frações são coletadas em recipientes distintos. As frações coletadas representam diferentes tamanhos de partículas da argila.

A técnica de sedimentação é um método utilizado para a determinação do tamanho de partículas em um material, como a argila, com base na sedimentação em um líquido.

É necessário utilizar uma proveta de 1000 ml, água destilada para a diluição da argila, agitador magnético ou bastão de vidro, para homogeneizar a amostra na água.

Precisa-se medir uma quantidade representativa da amostra de argila, dissolver a amostra em água destilada no béquer e agitar bem para assegurar a homogeneização da suspensão. O ideal é que a amostra atinja uma concentração que permita uma boa visualização da sedimentação. Após a completa dissolução e homogeneização, despejar a suspensão na proveta. É importante medir a contagem do tempo assim que a suspensão é colocada na proveta e registrar a altura da coluna de água onde a amostra foi adicionada.

Em intervalos de tempo determinados (por exemplo, de 1 a 5 minutos), medir a altura da coluna de sedimentos formada no fundo da proveta. É importante anotar as observações para cada intervalo de tempo.

Para coletar o material sobrenadante é necessário, a uma profundidade de 5cm a partir da marca de 1 L, o auxílio de uma pipeta.

A partir da altura da coluna de sedimentos, pode-se calcular o tamanho médio das partículas utilizando a equação de Stokes, se necessário, levando em conta a viscosidade do líquido e a densidade das partículas sedimentadas.

Ambos os métodos podem ser utilizados em conjunto para uma separação mais eficiente das frações granulométricas. A peneiração pode ser usada inicialmente para

remover partículas maiores, e a sedimentação pode se concentrar em separar as partículas mais finas, levando em consideração suas diferentes propriedades físicas.

O procedimento experimental foi realizado no Laboratório de Química da Universidade Federal do Maranhão-UFMA, Centro de Ciências de São Bernardo.

Após todo o procedimento de preparo das amostras de argila, tem-se o processo de sedimentação na figura 07. Na figura 08, se dá a etapa de coleta do material sobrenadante, que é o material de interesse para a pesquisa. Na figura 09, tem-se o material coletado em placas de Petri. Na figura 10, é o material após a secagem em estufa, para que assim seja coletado o material final.

Figura 07 - Sedimentação.



Fonte: Acervo da autora.

Figura 08 - Coleta do material sobrenadante.



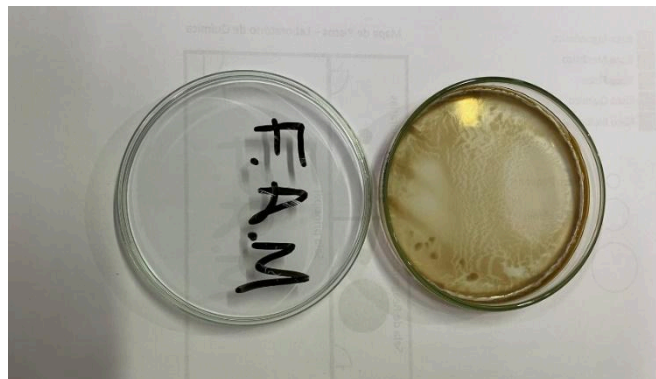
Fonte: Acervo da autora.

Figura 09 - Material coletado.



Fonte: Acervo da autora.

Figura 10 - Material após secagem.



Fonte: Acervo da autora.

Este procedimento foi realizado com o intuito de minimizar o teor de quartzo presente nas amostras de argila, uma vez que a presença deste mineral pode interferir na aparição de outros minerais na técnica de análise por difração de raios X. Todas as amostras coletadas serão analisadas por esta técnica analítica, para que se tenha uma complementação junto às outras técnicas realizadas.

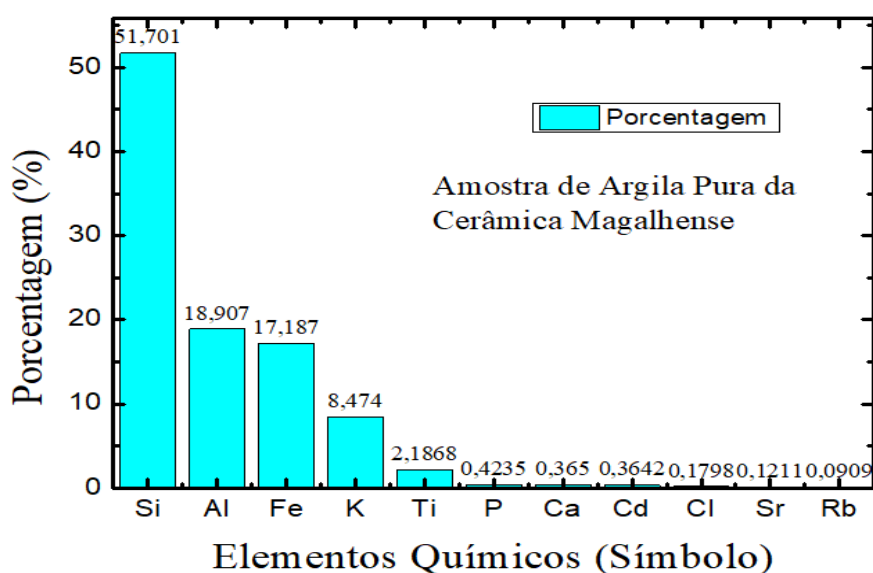
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados da composição química da amostra de Argila Pura da fábrica de São Bernardo/MA encontram-se na figura 11. Observou-se a predominância de Silício (Si) em maior concentração quando comparada às demais amostras, como também é o caso do Alumínio (Al). Argilas constituídas essencialmente pelo argilomineral caulinita são as mais refratárias, pois são constituídas essencialmente de sílica (SiO<sub>2</sub>) e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Bezerra, 2012).

O Silício (Si) é um dos principais componentes da argila, muito importante para as propriedades plásticas e moldagem da argila. O Alumínio (Al) é característico dos aluminossilicatos presentes nas argilas.

Os teores desse elemento químico é um indicativo da proporção de mineral argiloso presente nas argilas. Ele contribui para a plasticidade e a resistência da argila após a sinterização e tende a aumentar a refratariedade da massa argilosa (Pinheiro; Holanda, 2010). Essa concentração sugere que a argila pode ter boas propriedades para a produção de cerâmicas. É destacado também o teor de Ferro (Fe), pois este é responsável pela coloração vermelha que caracteriza o material cerâmico ao final do processo. As concentrações de Potássio (K) e Titânio (Ti) são relevantes.

Figura 11 - FRX da Argila Pura- São Bernardo/MA

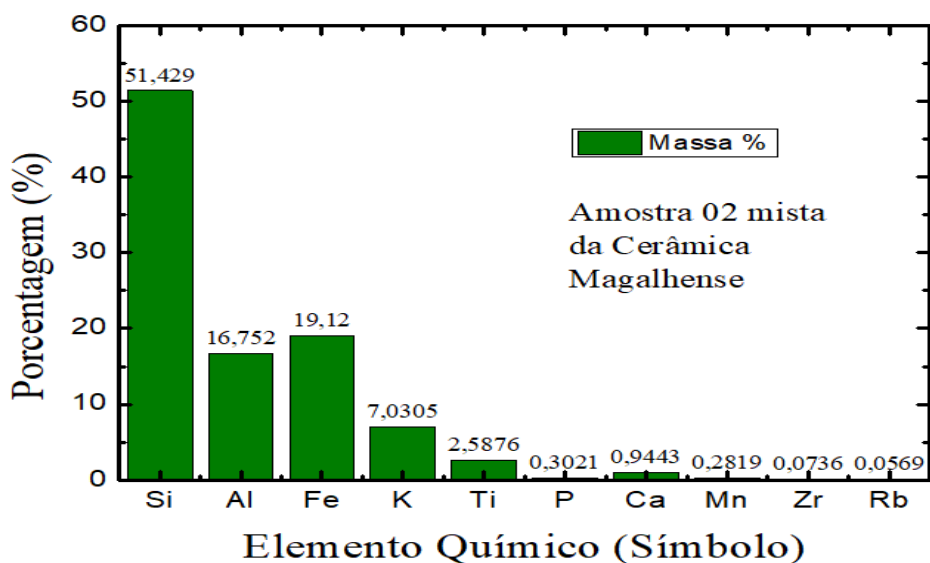


Na amostra de Argila Mista de São Bernardo/MA (Figura 12), os elementos químicos em maiores concentrações são o Silício (Si) e o Ferro (Fe), sendo este segundo em uma concentração maior que o Alumínio (Al). Existe a presença do Potássio (K), Titânio (Ti) e em baixa concentração o Cálcio (Ca).

Esta composição sugere que a argila analisada possui características que a tornam adequada para aplicações industriais, especialmente na fabricação de cerâmica. A alta concentração de silício e alumínio é fundamental para garantir as propriedades típicas de plasticidade, resistência e durabilidade.

O teor de ferro, embora relativamente alto, pode ser benéfico para a produção de cerâmicas coloridas, mas é importante monitorar as condições de queima para evitar a deformação ou outros problemas derivados da oxidação do ferro.

Figura 12 - FRX da Argila Mista- São Bernardo/MA.



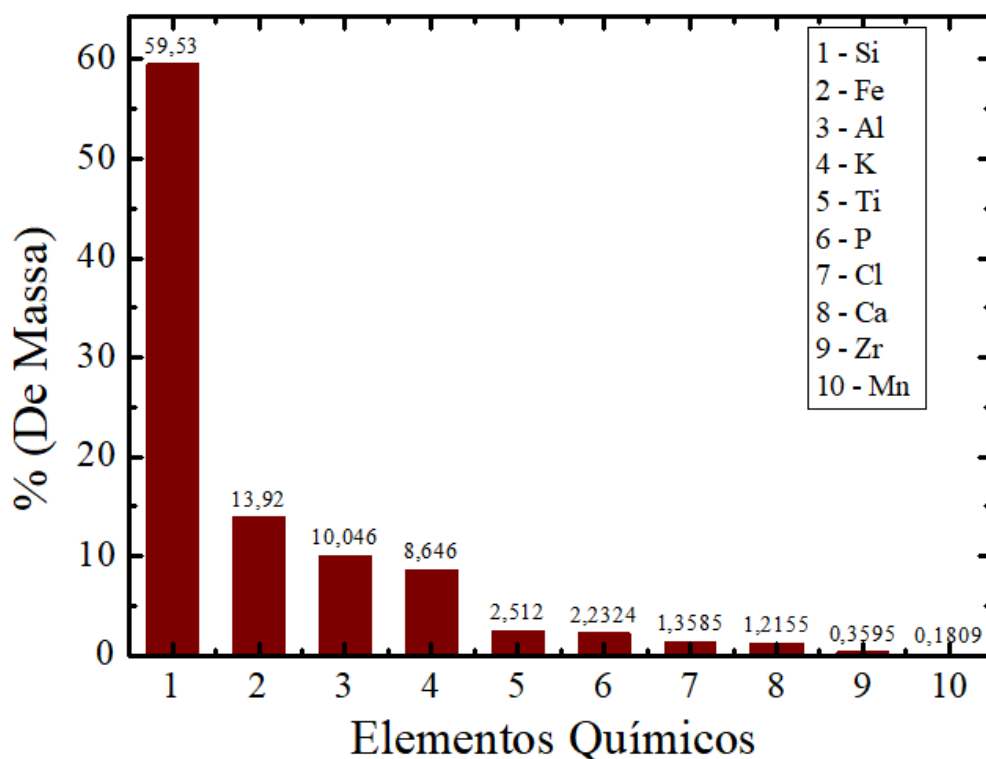
A argila denominada Fraca pelo ceramista da fábrica de Araiões/MA, é utilizada na produção por meio de uma mistura entre a Argila Fraca e a Argila Pura, para que assim, chegue no material final, intitulado como Argila Mista, utilizada para a produção de cerâmica. Na composição química da amostra de Argila Fraca (Figura 13), os teores de Silício (Si), Ferro (Fe), Alumínio (Al) e Potássio (K) se destacam como elementos químicos principais presentes.

O Silício (Si) está relacionado com os argilominerais, micas, feldspatos e quartzo. Este oferece resistência na fabricação de cerâmica vermelha, agindo como redutor de plasticidade e importante no controle da retração de queima.

Comparando os resultados de todas as análises, a Argila Fraca da fábrica de Araiões/MA possui o maior teor de Potássio (K). A composição da argila industrial fornecida apresenta um elevado teor de Silício (Si) e Ferro (Fe), que são desejáveis em diversas aplicações, como cerâmicas e materiais de construção. As concentrações de alumínio, potássio e cálcio também indicam que a argila pode ser utilizada em processos que exigem boas propriedades de moldagem e resistência.

Além disso, a presença de elementos como o Titânio (Ti) e o Zircônio (Zr) sugere potenciais experiências em aplicações avançadas, como porcelanas de alta resistência e materiais cerâmicos especializados.

Figura 13 - FRX da Argila Fraca- Araiões/MA.



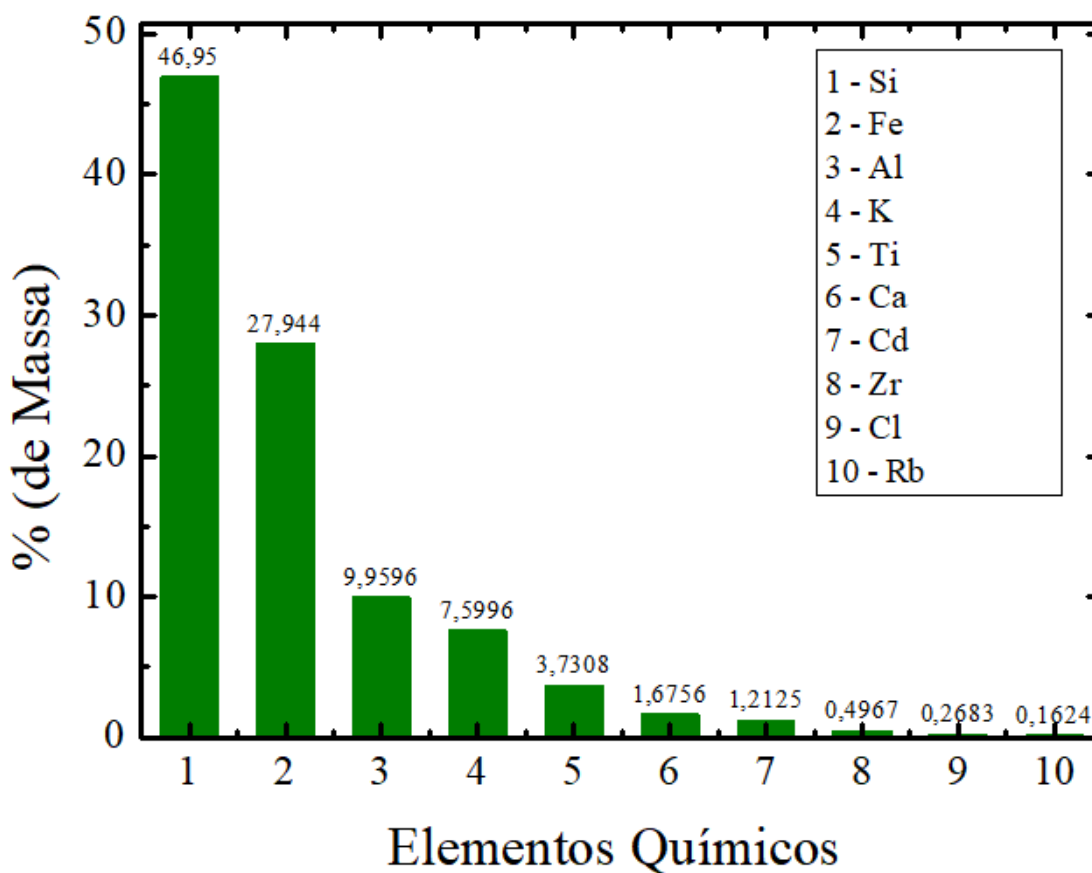
A Argila Mista é o resultado da mistura feita na indústria entre a Argila Fraca e a Argila Pura, ou seja, esta mistura que é aplicada na fabricação dos produtos. Os resultados da caracterização química da Argila Mista de Araiões/MA (Figura 14)

evidenciam os elementos químicos: Silício (Si), Ferro (Fe), Alumínio (Al), Potássio (K), Titânio (Ti), Cálcio (Ca) e o Cádmi (Cd), este em menor concentração.

A composição da argila indica que ela é rica em silicatos, particularmente sílica e alumínio, tornando-a adequada para uso em aplicações como cerâmica, tijolos e outros produtos de construção. A alta concentração de ferro também sugere que pode haver aplicações interessantes, inclusive na manipulação da cor dos produtos finais.

Entretanto, a presença de cádmio e outros elementos potenciais contaminantes levanta preocupações sobre a viabilidade da argila para certos usos, especialmente em áreas sensíveis como agricultura ou produtos que entram em contato com o corpo humano. A toxicidade do cádmio exige que a amostra seja analisada para determinar se a sua presença está dentro dos limites aceitáveis para uso industrial.

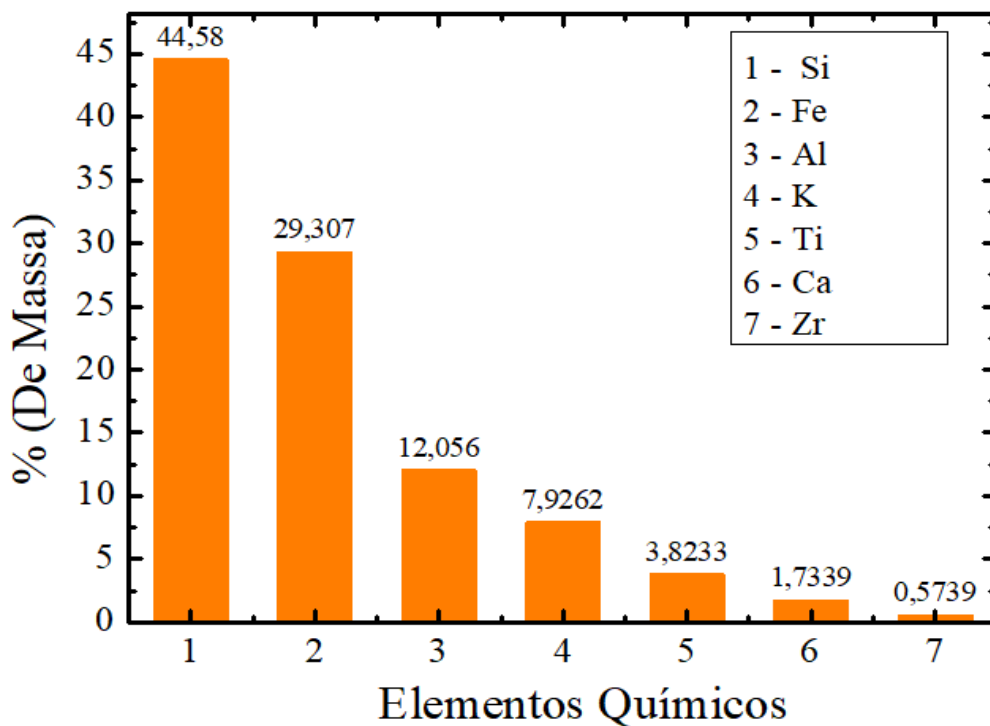
Figura 14 - FRX da Argila Mista- Araioses/MA.



Para os resultados da amostra de Argila Pura de Araiões/MA (Figura 15), o teor de Silício (Si) é de 44,58 %. O silício é um elemento predominante na argila, contribuindo para a formação de silicatos, que são a base principal de muitos minerais argilosos. A alta concentração de silício indica que a argila pode ter boas propriedades plásticas e de coesão, fundamentais para a moldabilidade em processos de conformação.

A concentração de Ferro (Fe) foi de 29,307 %. O ferro pode afetar a cor da argila, resultando em tons avermelhados ou marrons dependendo do estado de oxidação. Além disso, o ferro melhora a resistência térmica e a resistência mecânica após a sinterização. O Alumínio (Al) apresentou 12,056 %, este elemento presente em forma de silicatos de alumínio, é crucial para as propriedades cerâmicas da argila. Ele pode melhorar a plasticidade e a resistência do produto final. Argilas com concentrações de alumínio significativas são frequentemente utilizadas na produção de materiais refratários.

Figura 15- FRX da Argila Pura- Araiões/MA.

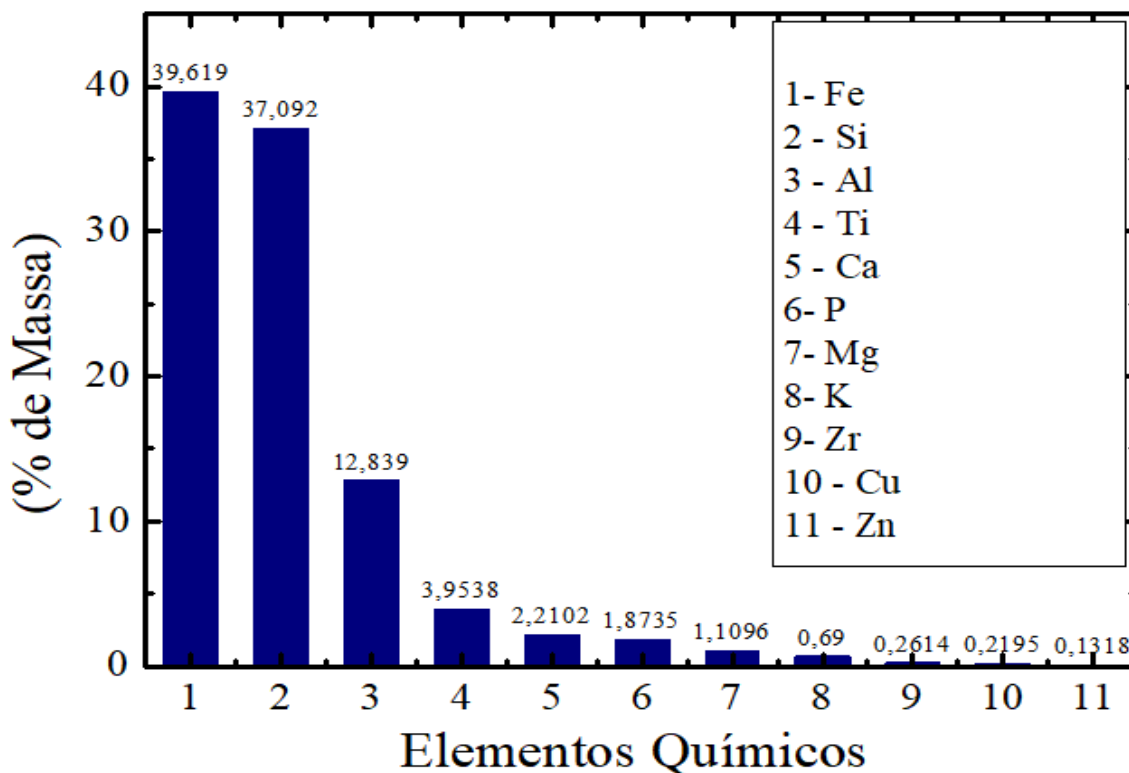




Na análise química da Argila de Buriti dos Lopes/PI (Figura 16), é explícita a alta concentração de Ferro (Fe), seguida dos elementos Silício (Si), Alumínio (Al), Titânio (Ti) e Cálcio (Ca). O ferro é frequentemente associado à coloração da argila, resultando em tons avermelhados ou marrons.

A concentração elevada de Ferro (Fe) pode acarretar o aumento descontrolado da temperatura interna do material cerâmico no momento da queima, acarretando a perda da peça pelo aparecimento de trincas, o que pode gerar a redução da resistência do produto final. O Titânio (Ti) presente em uma concentração considerável pode apresentar bons resultados na resistência mecânica, estabilidade térmica, mas dependendo da concentração pode acarretar em uma coloração alaranjada no produto final.

Figura 16 - FRX da Argila da fábrica Buriti dos Lopes/PI.



A interpretação de gráficos de Análise Térmica Diferencial (DTA), Termogravimetria (TGA) e Termogravimetria Derivada (DTG) é fundamental para entender o comportamento térmico da argila industrial em diferentes temperaturas.

Na curva de Análise Térmica Diferencial (DTA), (Figura 17), os picos do gráfico representam mudanças térmicas significativas, estes são de 93,1°C e 524,9°C. Na curva da Análise Termogravimétrica (TGA) a mudança em massa da amostra foi de -19,32% a aproximadamente 250°C e -6,60% a 700°C. Na curva da Termogravimetria Derivada (DTG), os valores foram de 81,3°C e 505,4°C.

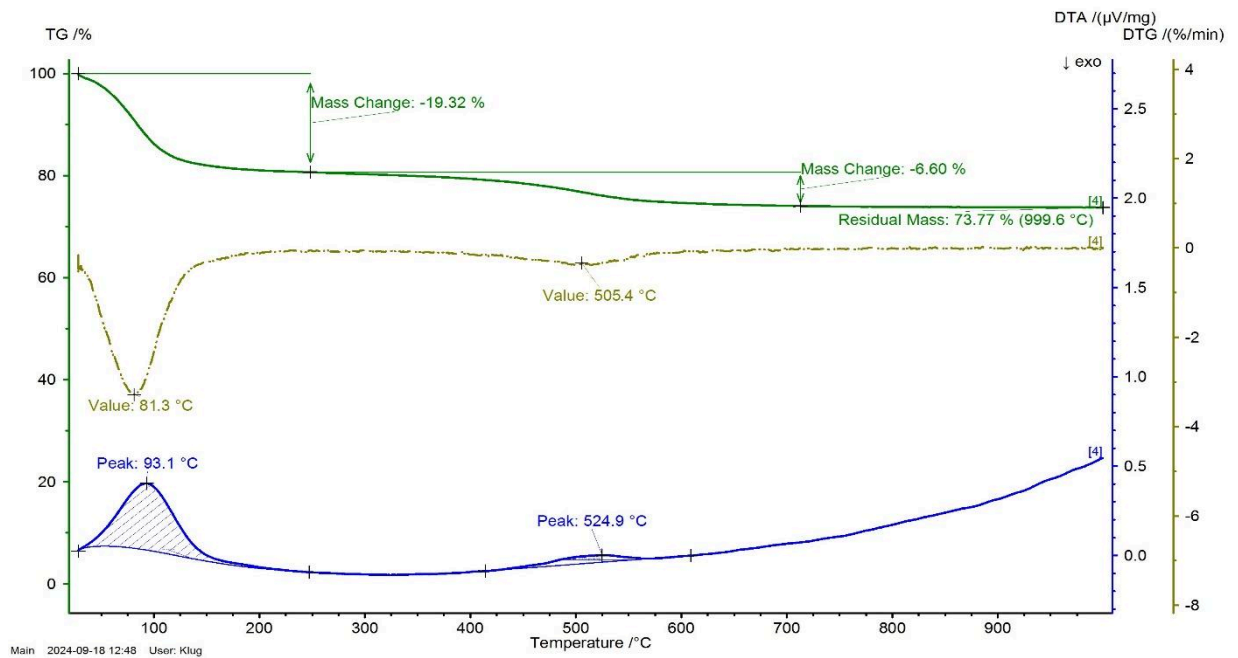
Na (DTA), o pico em 93,1°C pode estar associado a fenômenos como desidratação ou remoção de água, comum em materiais como a argila. Este processo geralmente ocorre quando a água ligada fisicamente ou quimicamente começa a evaporar. O pico em 524,9°C pode indicar a desorganização da estrutura da argila, ou a perda de componentes orgânicos ou a transformação mineralógica.

Na (TGA) a mudança de massa de -19,32% em aproximadamente 250°C, pode estar relacionada a perda de massa atribuída à desidratação inicial da argila, indicando que a argila contém uma quantidade considerável de água, que é liberada quando aquecida. Já na mudança de massa de -6,60% a 700°C, a perda de massa pode estar relacionada à decomposição de minerais ou mudanças estruturais que ocorrem na argila quando exposta a temperaturas elevadas.

O valor da massa residual de 73,77% a 999,6°C indica a estabilidade da argila a altas temperaturas, revelando que a maior parte da massa da argila permanece após a decomposição dos componentes voláteis.

Para a (DTG) os picos em 81,3°C e 505,4°C correspondem a taxas de perda de massa. O pico em 81,3°C (próximo ao pico da DTA) reflete a perda rápida de umidade inicial. O pico em 505,4°C indica uma maior taxa de degradação, provavelmente relacionada à decomposição mineral.

Figura 17 - Curva de termogravimetria da amostra Argila Pura 01 SB



A (DTA), (DTG) e a (TGA) são técnicas amplamente utilizadas para estudar as propriedades térmicas de materiais, como a argila industrial.

Os picos observados no (DTA), (Figura 18), correspondem a transições térmicas no material. O pico a 82,5°C pode estar relacionado à remoção de água livre da argila. Muitas argilas têm água adsorvida que é eliminada em temperaturas baixas, o que é característico deste tipo de material. O pico a 501,4°C é geralmente associado à decomposição de minerais ou à transformação de fase da argila (por exemplo, a transformação de caulinita a metacaulinita). Esse processo pode resultar na formação de novos produtos minerais, impactando as propriedades do material.

Na curva termogravimétrica, observa-se as mudanças na massa do material conforme a temperatura aumenta. A mudança de massa é de -13,84% a 200°C, esta perda de massa pode estar relacionada à remoção de água, como mencionado anteriormente. É comum que argilas apresentem perda de massa significativa devido à evaporação da água adsorvida.

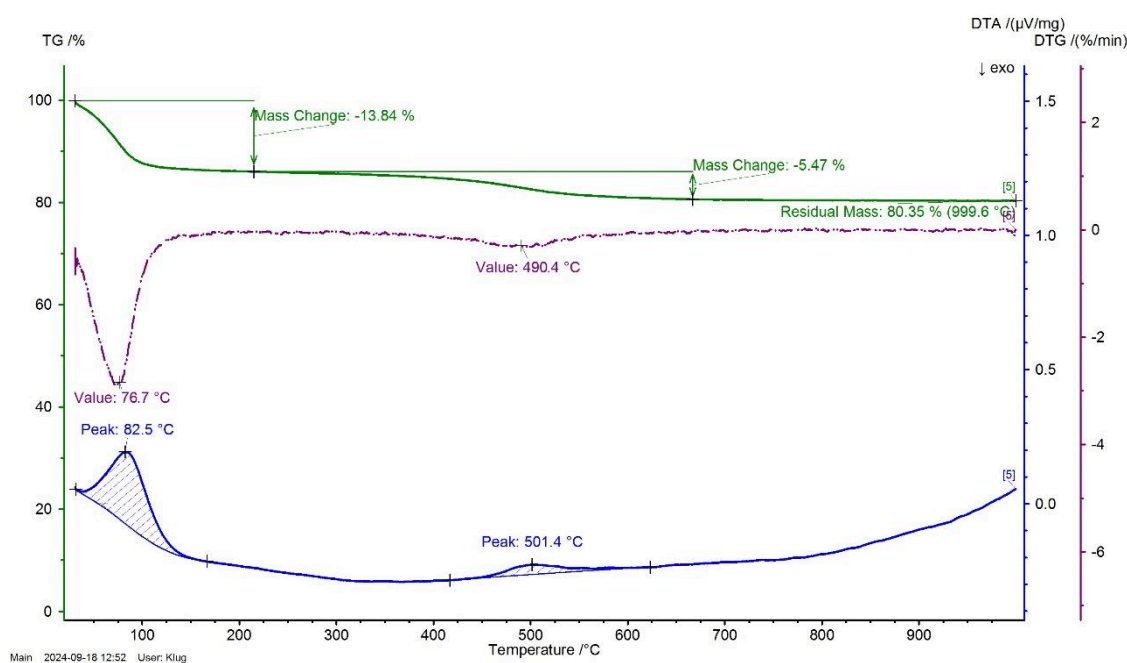
A mudança de massa de -5,47% a 650°C, indica que esta perda de massa em temperaturas mais altas pode ser atribuída a reações de decomposição de minerais,

como a transformação da argila em formações mais densas ou a liberação de outros componentes voláteis.

Com a massa residual de 80,35% a 999,6°C indica a quantidade de material que permanece após aquecimento a alta temperatura. Uma massa residual elevada sugere que a argila é relativamente estável e retém uma quantidade significativa de seus componentes mesmo após tratamentos térmicos.

Os picos encontrados na curva DTG (que mostra a taxa de variação de peso) a 76,7°C e 490,4°C podem indicar os pontos onde ocorrem perdas de massa mais acentuadas: Pico a 76,7°C, este pico corresponde à remoção de água livre ou adsorvida, reforçando a interpretação do pico no DTA. O pico a 490,4°C se relaciona à decomposição dos minerais ou transições de fase, como discutido anteriormente. A análise conjunta do DTA e DTG ajuda a confirmar os processos de alteração que ocorrem durante a elevação da temperatura.

Figura 18- Curva de termogravimetria da amostra Argila Mista 02 SB



Na Análise Térmica Diferencial (DTA), (Figura 19), o pico a 73,6°C pode estar relacionado à remoção de água física ou água de adsorção que está presente na estrutura da argila. Geralmente, isso ocorre a baixas temperaturas, indicando a desorção de água superficial. O pico a 494,5°C é normalmente associado à desidratação, onde a água

estrutural da argila, como a água intercalada, é liberada. Isso sugere que a argila contém uma quantidade significativa de água em sua estrutura cristalina. O pico a 575,2°C pode estar relacionado à decomposição de fases minerais presentes na argila ou à transformação de uma fase mineral para outra. A essa temperatura, pode ocorrer a decomposição de silicatos ou a formação de novos minerais como a mullita, dependendo das condições e da composição da argila.

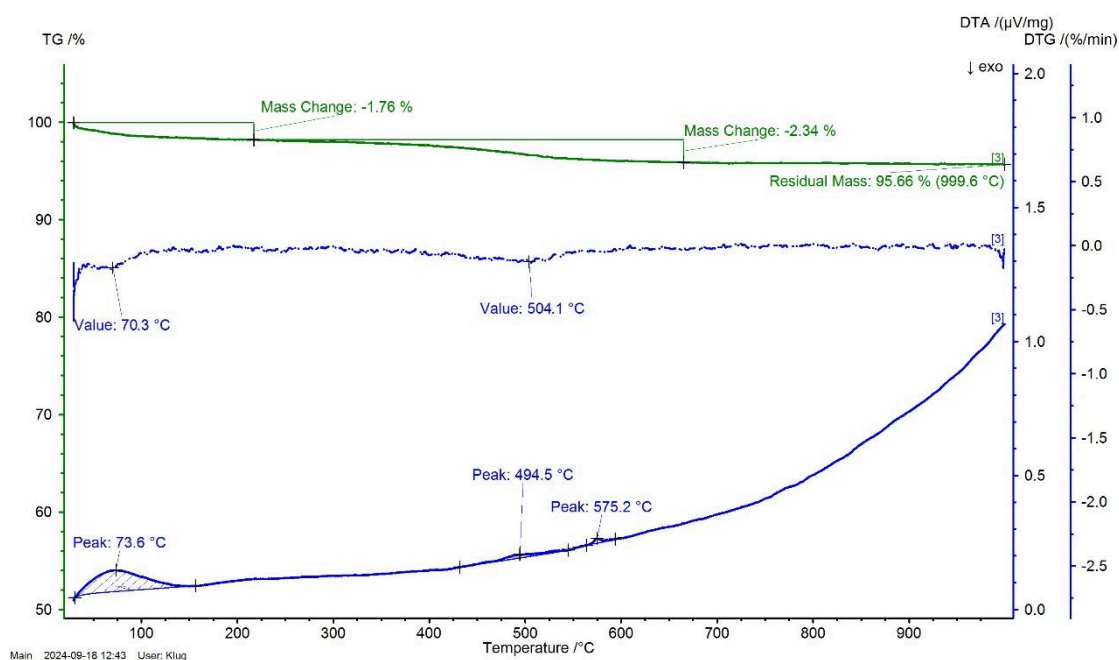
Na (TGA) as mudanças de massa de -1,76% a 200°C sugere uma perda de massa em baixa temperatura, que é compatível com a remoção de água livre e adsorvida da argila. A perda de massa é um indicativo da volatilização de componentes voláteis. A mudança de massa de -2,34% a 650°C, sugere que esta perda de massa em temperaturas mais altas está relacionada a decomposição de compostos ou a perda de água estrutural, o que gera a formação de novos produtos a partir dos minerais presentes na argila.

A massa residual de 95,66% a 999,6°C foi alta e indica que a argila é estável a altas temperaturas, e apenas uma fração pequena se decompôs ou volatilizou. Isso é um bom sinal de que a argila tem uma boa resistência térmica.

Na (DTG) os picos a 70,3°C e 504,1°C correspondem a taxas máximas de perda de massa. O pico a 70,3°C confirma a remoção da água superficial, enquanto o pico a 504,1°C sugere atividades térmicas significativas, que podem estar relacionadas à decomposição mineral ou à desidratação de uma fase mineral.

A interpretação dos picos e das variações na perda de massa permite uma melhor compreensão de como a argila se comporta sob condições térmicas variáveis, o que é crucial para seu processamento e uso final.

Figura 19 - Curva de termogravimetria da amostra Argila Pura 03 AR



Nos resultados da (DTA), (Figura 20), os picos de temperatura a 84,2°C pode indicar a remoção de umidade fisicamente unida ou a desorção de água, que é comum em minerais argilosos. Em 506,2°C pode corresponder a reações de degradação térmica de alguns componentes da argila, como a perda de estrutura de alumino-silicatos ou à desidratação das argilas que pode ser mais intensa em temperaturas elevadas.

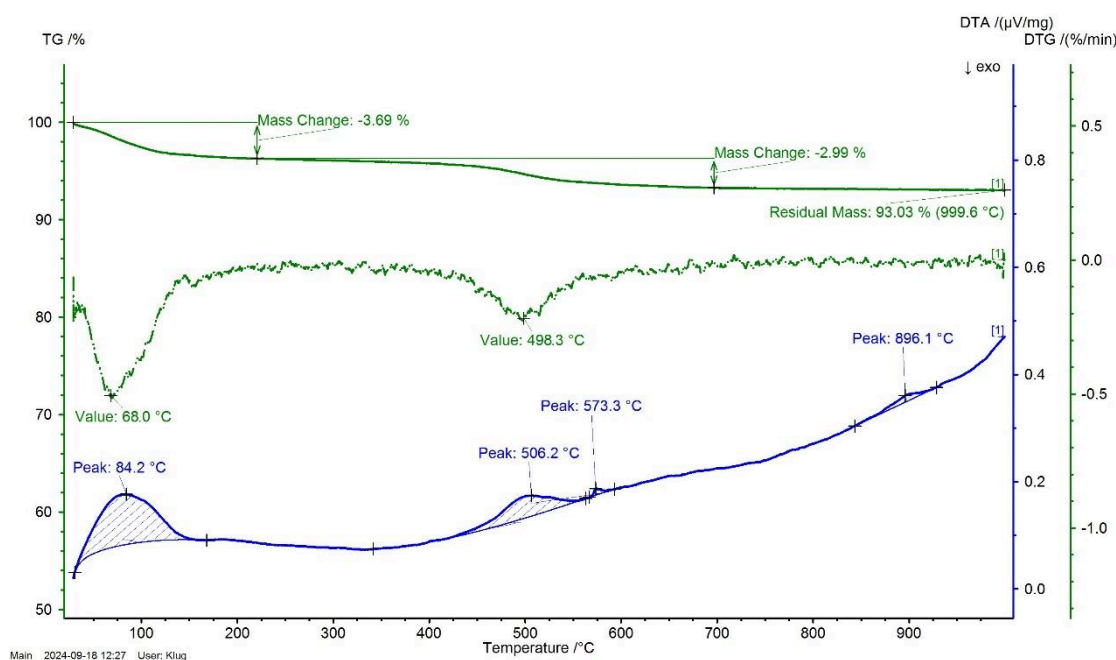
Para 573,3°C este pico pode estar associado à perda de água de coordenação, onde a argila libera água que estava diretamente ligada à estrutura cristalina. E para 896,1°C este pico indica a formação de novos compostos ou alteração da estrutura cristalina da argila, como a conversão em cristais de silicato ou fusão da argila.

Nos resultados da (TGA) as mudanças de massa por -3,69% a 200°C pode estar relacionada à remoção de umidade de adsorção e à desidratação da argila. Em -2,99% a 700°C a perda de massa nesta faixa de temperatura pode ser devida à decomposição de minerais ou a reações durante a transformação térmica.

A massa residual de 93,03% a 999,6°C indica que, após o aquecimento, a maior parte da amostra ainda permanece como um resíduo sólido. Isso sugere que a argila tem boa estabilidade térmica e composições minerais que resistem à degradação até altas temperaturas.

Os resultados obtidos na (DTG), tem-se os pontos de derivada de 68°C o que pode indicar a perda inicial de umidade, semelhante ao pico de 84,2°C observado na (DTA). E 498,3°C refere-se a uma aceleração da perda de massa, provavelmente relacionada à degradação térmica que ocorre antes ou durante a perda de água de coordenação e estrutura cristalina.

Figura 20 - Curva de termogravimetria da amostra Argila Fraca 04 AR



A interpretação de um gráfico de Análise Térmica Diferencial (DTA) e Termogravimetria (TGA) da argila industrial envolve a identificação dos picos e das mudanças de massa, que fornecem informações importantes sobre as transições térmicas e a estabilidade térmica do material.

Os picos observados na (DTA), (Figura 21), especificamente a 84°C, 504,8°C e 928,5°C, podem ser interpretados, o pico a 84°C pode estar associado à remoção de umidade adsorvida ou à perda de água de hidratação. É típico de argilas que contêm água em sua estrutura cristalina. O pico a 504,8°C indica a decomposição de minerais argilosos ou a transformação de fase, onde a argila pode sofrer uma reorganização estrutural, como a perda de água química ou a conversão em uma fase mais estável. Já o pico a 928,5°C que ocorre a uma temperatura mais alta, pode estar relacionado à fusão

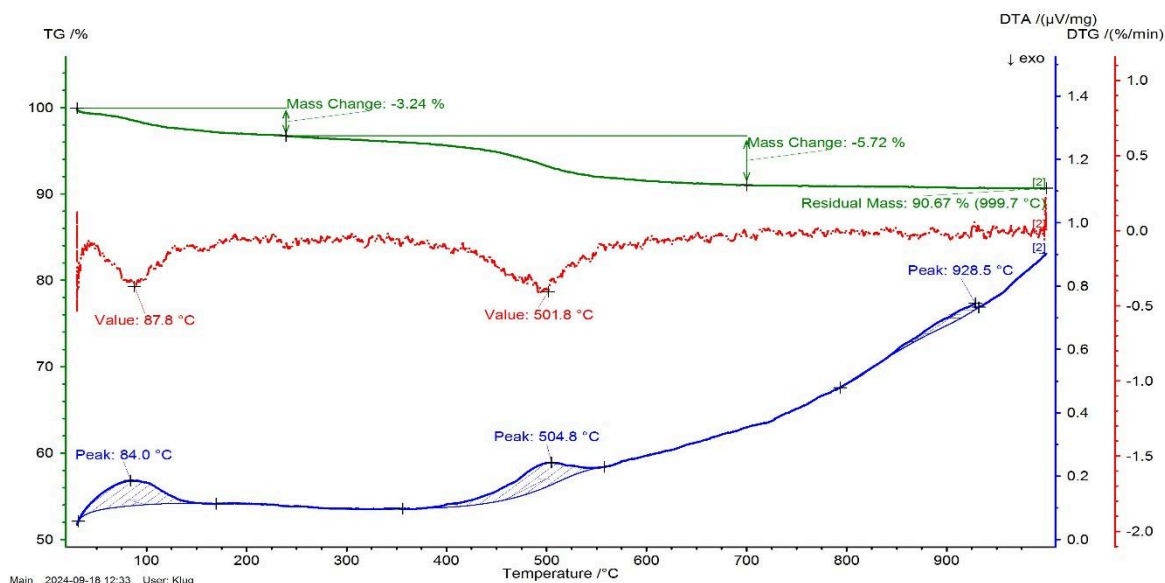
ou à formação de fases vitrificadas, onde a argila se transforma em uma massa líquida ou vítrea durante o aquecimento, importante para aplicações cerâmicas.

A TGA revela duas mudanças de massa, em -3,24% a 240°C a perda de massa indica a perda de umidade, que é consistente com a remoção de água de adsorção. Esse valor relativamente baixo sugere que a argila ainda contém uma quantidade considerável de água em sua estrutura. O valor de -5,72% a 700°C, nessa perda adicional de massa relaciona-se à decomposição de componentes orgânicos ou à perda de outros tipos de água (como a água de cristalização). Juntas, as duas perdas de massa somam cerca de 8% da massa inicial, indicando que uma fração significativa da argila se comporta como um material higroscópico.

Massa residual de 90,67% a 999,6°C elevada sugere que grande parte da fração inorgânica da argila permanece após a decomposição térmica, o que é desejável para muitos processos cerâmicos, onde a estabilidade estrutural é necessária em altas temperaturas.

Na (DTG) os picos a 87,8°C e 501,8°C estão associados aos pontos de inflexão nas curvas de perda de massa. O valor de 87,8°C gerado nesse pico, semelhante ao pico do DTA a 84°C, reforça a ideia de que há uma remoção de água de adsorção ou de hidratação neste estágio. O valor 501,8°C correlaciona-se com a mudança mais significativa, possivelmente associada à decomposição de minerais ou reorganização estrutural, indicada também pelo pico a 504,8°C na análise diferencial.

Figura 21 - Curva de termogravimetria da amostra Argila Mista 05 AR





Na curva da DTA o pico a 89,1 °C está associado à perda de água que ocorre na argila devido à desidratação. Muitas argilas apresentam a remoção de água adsorvida em temperaturas baixas, que se caracteriza por um aumento na temperatura da amostra.

O pico a 512,8 °C indica a degradação de alguns componentes orgânicos ou a transformação de mineral (por exemplo, a decomposição de aluminossilicatos em temperaturas mais altas) presentes na argila. Essa mudança térmica geralmente está relacionada à desidratação completa ou à alteração estrutural dos minerais, resultando em uma nova fase.

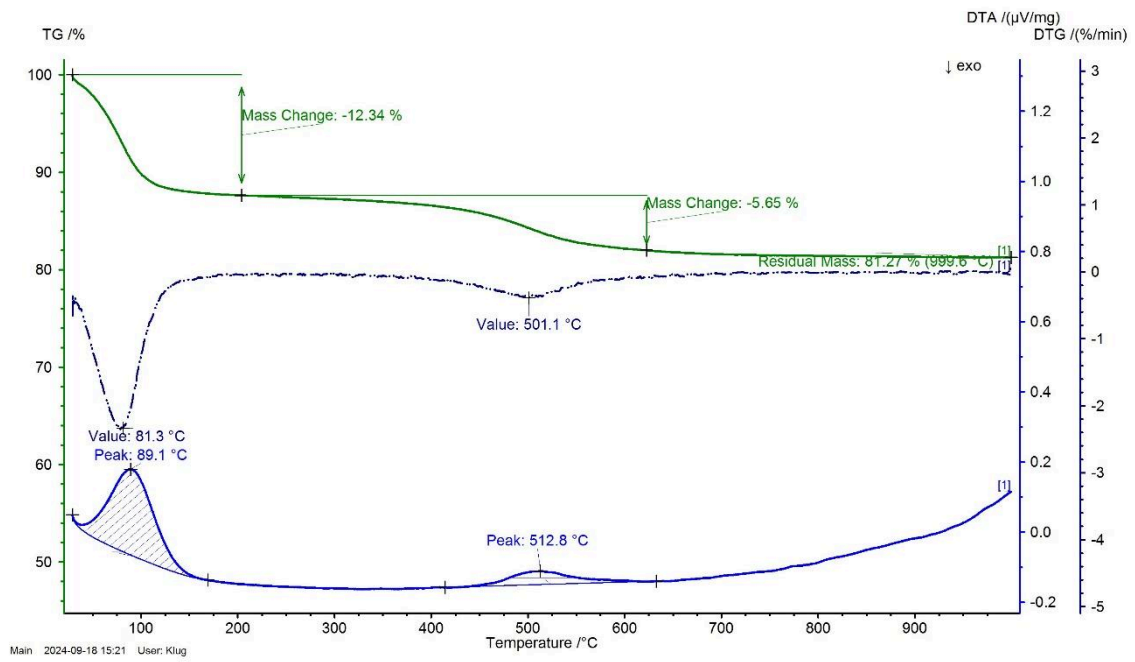
Na TGA, é observado a mudança de massa a -12,34% até 200 °C, essa perda de massa pode ser interpretada como a perda de umidade e a desidratação da argila, semelhante ao pico observado na DTA. Essa perda inicial é significativa e indica que a argila contém uma fração considerável de água ligada ou adsorvida.

A perceptível a mudança de massa a -5,65% até 650 °C, esta segunda perda de massa pode refletir a decomposição de minerais (como a perda de carbonatos ou a transformação de argilas) e diminuição de sua estrutura, que se inicia após a completa desidratação em temperaturas mais altas.

A massa residual é a quantidade de material que permanece após a análise térmica. O fato de restar uma quantidade significativa de massa (81,27%) indica que a argila tem uma boa estabilidade térmica e que a maior parte de sua estrutura não foi degradada ou perdida até essa temperatura elevada.

Os picos observados na análise DTG estão relacionados às taxas de perda de massa. O pico em 81,3 °C provavelmente corresponde ao evento de desidratação inicial, conforme discutido anteriormente. O pico a 501,1 °C reforça a ideia de que há uma mudança estrutural significativa dos minerais ou liberação de outros componentes voláteis, observada anteriormente na DTA.

Figura 22 - Curva de termogravimetria da amostra Argila Mista 03 BL.



## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As análises da composição química das amostras de argilas industriais revelam informações importantes sobre suas propriedades e potenciais aplicações. As análises químicas realizadas por FRX comprovou-se que as diferentes amostras estudadas apresentam composição química semelhante.

Os principais resultados obtidos foram: A Argila Pura de São Bernardo/MA possui o maior teor de Silício (Si) e também de Alumínio (Al) e o menor teor de Titânio (Ti). A Argila Mista de Araisos/MA possui o menor teor de Alumínio (Al). Enquanto a Argila Fraca apresentou o menor teor de Ferro (Fe) e o maior teor de Potássio (K). A Argila de Buriti dos Lopes/PI apresentou o menor teor de Silício (Si) e de Potássio (K) e os maiores teores de Ferro (Fe) e de Titânio.

As interpretações dos resultados das análises térmicas sugerem que, ao aumentar a temperatura, a argila passa por processos de desidratação e transformações de fase que podem afetar suas propriedades físicas e químicas. A análise dessas transições é crucial para entender o comportamento do material durante processos de aquecimento, como a cerâmica e a fabricação de materiais refratários.

O conhecimento da análise térmica é necessário para identificar as propriedades das argilas e como elas podem ser utilizadas em diferentes aplicações industriais, como cerâmica ou materiais de construção. O comportamento térmico da argila é crucial para a indústria, principalmente para otimizar processos de produção e prever como o material se comporta sob diferentes condições térmicas.

É importante levar em consideração a origem da argila, o processamento e as características desejadas nos produtos finais ao planejar seu uso industrial. Testes adicionais e caracterizações físicas e mecânicas podem fornecer uma visão mais completa sobre a viabilidade e as melhores aplicações para essas amostras específicas de argilas industriais.

No entanto, seria interessante realizar uma caracterização mineralógica mais detalhada, por exemplo, por difração de raios X (DRX) ou microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificar os minerais presentes e entender melhor as propriedades do material.

## 6. PERSPECTIVAS FUTURAS

As perspectivas serão apresentadas como proposta de continuidade a alguns estudos ainda não finalizados, que serão citados a seguir:

Ampliar o número de amostras de argilas, para termos um panorama mais completo da região do baixo Parnaíba.

Fazer medidas de Difração de Raios X (DRX) de cada uma das amostras para compararmos os difratogramas, e observamos a cristalinidade da argila com a exposição de elevadas temperaturas.

Realizar medidas Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para obtermos imagens de forma microscópica de cada uma das argilas coletadas.

Comprovar a eficiência da técnica de separação de mistura aplicada, no que diz respeito a remoção do *quartzo* presente na argila, que interfere nas medidas de DRX.

Adicionar o álcool polivinílico, e outros agentes aglutinantes que possam melhorar a solidez da cerâmica resultante das argilas em estudo.

## REFERÊNCIAS

ALBERS, Ana Paula F. et al. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**, v. 48, p. 34-37, 2002.

ALEXANDRE, J. **Análise de Matérias-primas e Composições de Massa Utilizada em Cerâmicas Vermelhas. 2000, 174p.** Tese de Doutorado. Tese (Doutorado em Ciência de Engenharia), Universidade Estadual do Norte Fluminense, UENF, Campos dos Goytacazes-RJ.

BEZERRA, C. H. A. Análise comparativa das propriedades físicas e mineralógicas dos depósitos de argila dos municípios de Crato e Jucás-CE. 96 f. 2012. Dissertação (Mestrado em Geologia) - Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2012.

CABRAL JUNIOR, Marsis et al. RMIs: argilas para cerâmica vermelha, 2005.

CASAGRANDE, Marcos Cardoso et al. Reaproveitamento de resíduos sólidos industriais: processamento e aplicações no setor cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 13, n. 1/2, p. 34-42, 2008.

CHAVES, Paulo Victor Antonio et al. Caracterização físico-química da argila tipo taguá e implicações para a indústria cerâmica de monte carmelô, Minas Gerais. 2021.

CUNHA, Caio Fonseca Rodrigues da. GOES, Luana Furtado Messias. Ensaio de calorimetria e análise termogravimétrica em amostras aleatórias e desconhecidas. 2022. 38 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2022.

CUNHA, Caio Fonseca Rodrigues da; GOES, Luana Furtado Messias. Ensaio de calorimetria e análise termogravimétrica em amostras aleatórias e desconhecidas. 2022.

DE OLIVEIRA, Antonio Pedro Novaes; HOTZA, Dachamir. **Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos.** Ed. da UFSC, 2011.

DENARI, Gabriela Bueno; CAVALHEIRO, Éder Tadeu Gomes. Princípios e aplicações de análise térmica. **São Carlos: IQSC**, p. 40, 2012.

DOS SANTOS, R. C. et al. Interação entre características de argilas e parâmetros de processamento sobre propriedades tecnológicas de corpos cerâmicos. **Cerâmica**, v. 63, p. 361-368, 2017.

DUTRA, R. P. S. ; SILVA, J. B.; NASCIMENTO, M. L. ; NASCIMENTO, R. M.; GOMES, U. U.; PASKOCIMAS, C. A.. Avaliação da Potencialidade de Argilas do Rio Grande do Norte – Brasil. **Cerâm. ind.**, vol.11, n2, p.0, 2006.

FELLENBERG, G. Introdução aos problemas da Poluição ambiental. 2 ed. São Paulo: USP, 1980.

FIGUEREDO, Gilvan Pereira de. PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF CLAY AND ZEOLITE MARANHÃO STATE. 2010. 144 f. Dissertação (Mestrado em QUÍMICA) - Universidade Federal do Maranhão, São Luis, 2010.

IONASHIRO, M. Princípios Básicos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial. **Araraquara, SP**, 2004.

LEPSCH, Igo F. **19 lições de pedologia**. Oficina de textos, 2011.

ASHCROFT, N. W.; MERMIN, N. D. **Solid State Physics**. Florida, Saunders College, 1976.

BUHRKE, V.E., Jenkins, R., Smith, D.K. “A practical guide for the preparation of specimens for X-ray fluorescence and X-ray diffraction analysis”, Wiley-VCH, 1998.

MACEDO, R. S. et al. Estudo de argilas usadas em cerâmica vermelha. **Cerâmica**, v. 54, p. 411-417, 2008.

MACHADO, Mary Ester Santiago. Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica. 2008.

MELO JÚNIOR, A. S. Análise quantitativa do material particulado na região de campinas através das técnicas de microfluorescência de raios-X e reflexão total usando radiação síncrotron. Tese (Doutorado em Química) - Unicamp, Campinas, São Paulo, 2007.

MENESES, Cristiano Teles de, **Estudo da cristalização de nanopartículas de NiO por difração e absorção de raios-X**. Tese (doutorado), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, 2007.

MORAIS, Rhavel Batista; SILVA, Alecio Soares; DA SILVA, Davi Cardoso. Utilização da difração de raios X na caracterização de uma amostra de argilomineral. **CEP**, v. 58429, p. 600, 2017.

MOTTA, José Francisco Marciano; ZANARDO, Antenor; CABRAL JÚNIOR, Marsis. As matérias-primas cerâmicas. Parte I: O perfil das principais indústrias cerâmicas e seus produtos. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 2, p. 28-39, 2001.

NASCIMENTO-DIAS, Bruno L. do; OLIVEIRA, Davi F.; ANJOS, Marcelino J. dos. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 39, n. 4, p. e4308, 2017.

NORTON, F. H.; Introdução à tecnologia cerâmica, Edgard Blücher: São Paulo, 1973.

PAZ, Yenê Medeiros et al. A atividade de extração de argila e a relação homem-natureza| The clay mining activity and the man-nature relationship. **Revista Geama**, p. 261-274, 2015.

PÉREZ, C. A. S. et al. Caracterização de massas cerâmicas utilizadas na indústria de cerâmica vermelha em São Domingos do Sul-RS. **Cerâmica Industrial**, v. 15, n. 1, p. 38-43, 2010.

PINHEIRO, Bruno Carlos Alves; HOLANDA, José Nilson França. Efeito da temperatura de queima em algumas propriedades mecânicas de cerâmica vermelha. **Cerâmica**, v. 56, p. 237-243, 2010.

ROCHA, Fernando N., Paulo AZ Suarez, and Edi M. Guimarães. “Argilas e suas aplicações em utensílios e materiais cerâmicos.” *Revista virtual de química* 6.4 (2014): 1105-1120.

SANTOS, Elenir et al. Espectrometria de fluorescência de raios-X na determinação de espécies químicas. **Enciclopédia biosfera**, v. 9, n. 17, 2013.

SANTOS, Renato Correia dos et al. Formulação de massas cerâmicas para a produção de telhas. 2012.

SCAPIN, Marcos Antonio. **Aplicação da difração e fluorescência de raios-X (WDXRF): ensaios de argilominerais**. 2003. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SILVA, J. P. S. Impactos ambientais causados por mineração. *Revista espaço da Sophia* - nº 08 – NOVEMBRO/2007.

SKOOG, D.A.; HOLLER, F.J.; NIEMAN, T. A. *Princípios de Análise Instrumental*, 5ª ed. Porto Alegre: Bookman, p. 31-36; p. 317-342, 2009.

SOUZA Santos P. *Tecnologia das argilas*. v. 1-2. São Paulo: Edgard Blucher, 1995.

SOUZA SANTOS, Pércio. *Ciência e tecnologia das argilas*. Ed. Edgard Blucher Ltda. 2ª ed. São Paulo. SP. 1989.

VIEIRA, C. M. F.; HOLANDA, JNF de; PINATTI, D. G. Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes-RJ. **Cerâmica**, v. 46, n. 297, p. 14-17, 2000.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. Influência da temperatura de queima na microestrutura de argilas de Campos dos Goytacazes-RJ. **Cerâmica**, v. 49, p. 06-10, 2003.