



**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO
PIAUÍ PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, PÓS-GRADUAÇÃO E INOVAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

NAIARA DE OLIVEIRA SOBRINHO

**ESTUDO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE DIFERENTES ARGILAS DO
MUNICÍPIO DE UNIÃO-PI PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

TERESINA

2024

NAIARA DE OLIVEIRA SOBRINHO

**ESTUDO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE DIFERENTES ARGILAS DO
MUNICÍPIO DE UNIÃO-PI PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Caracterização e Formulação de Materiais Cerâmico.

Orientador: Prof. Dra. Aluska do N. Simões Braga

Co-Orientador: Prof. Dr. Roberto Arruda L. Soares

TERESINA

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD

Oliveira Sobrinho, Naiara de

O48e Estudo do potencial tecnológico de diferentes argilas do município de União-PI para produção de blocos cerâmicos / Naiara de Oliveira Sobrinho. - 2023.

71 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Campus Teresina Central, 2023.

Orientadora : Profa Dra. Aluska do N. Simões Braga.

1. Cerâmica vermelha . 2. Tijolos de vedação . 3. Formulações. I.Título.

CDD - 620.1

Elaborado por Maria Rosismar Farias CRB 3/631

NAIARA DE OLIVEIRA SOBRINHO

**ESTUDO DO POTENCIAL TECNOLÓGICO DE DIFERENTES ARGILAS DO
MUNICÍPIO DE UNIÃO-PI PARA PRODUÇÃO DE BLOCOS CERÂMICOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 26/04/2024

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Prof. Dra. Aluska do N. Simões Braga (Orientador)
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

Prof. Dr. Prof. Roberto Arruda L. Soares (Coorientador)
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

Prof. Prof. Dr. José Elson Soares Filho (Avaliador Externo)
Universidade Federal da Paraíba (UFPB)

Prof. Prof. Dr. Valdeci Bosco dos Santos (Avaliador Interno)
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

“ Deus faz coisas grandes coisas e maravilhosas,
e os seus milagres não tem fim”.

Jó 9.10 (Bíblia Sagrada)

RESUMO

O desenvolvimento de produtos para a indústria de cerâmica estrutural baseia-se na formulação envolvendo a misturas de duas ou mais argilas, geralmente baseadas apenas no conhecimento empírico. Diante disso, é importante realizar estudos para chegar em uma proporção adequada entre as matérias-primas, pelo pressuposto que o conhecimento científico resultará num produto final de qualidade e sem desperdícios. Portanto, este trabalho tem por objetivo, caracterizar matérias-primas do município de União (PI) e desenvolver formulações composta por 3 (três) argilas industrialmente utilizadas para a produção de blocos de vedação e analisar suas propriedades comparando com a formulação binária usada pela fábrica. As matérias-primas foram caracterizadas através das técnicas: fluorescência de raio-X por energia dispersiva (FRX), difratometria de raio-X (DRX), termogravimetria (TG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Já para os corpos de provas formulados foram analisados através dos ensaios tecnológicos: perda ao fogo (PF), retração linear (RL), absorção de água (AA), porosidade aparente (PA), massa específica aparente (MEA) e ensaio de tensão de ruptura e flexão. Os resultados nos difratogramas mostraram a presença da caulinita, ortoclásio e quartzo para as três argilas, esse último apresentou o pico mais intenso. Dentre as três argilas estudadas, duas delas apresentaram índice de plasticidade medianamente plástica, a argila preta e vermelha, enquanto que a amarela fracamente plástica. As argilas apresentaram suas curvas granulométricas parecidas e com tamanhos de grãos diferentes, porém as argilas amarela e preta apresentaram tamanho de grãos semelhantes observados no MEV. A análise macroestrutural dos materiais cerâmicos apresentaram coloração de queima avermelhada e estabilidade de forma. Todos os corpos de provas apresentaram valores de TRF acima do recomendado para a produção de tijolos cerâmicos de vedação. As formulações desenvolvidas denominadas de F0, F1, F2.F3 e F4 apresentaram resultados satisfatórios a respeito dos ensaios tecnológicos em relação a formulação padrão desenvolvida pela fábrica, tornando-as compatíveis com a utilização na indústria. As formulações F1 (60% - 20% - 20%) e F4 (40% - 30% - 30%), apresentaram os maiores valores resistência mecânica (19,95 MPa) e (10,65 Mpa).

Palavras-chave: Cerâmica vermelha; tijolos de vedação; formulações.

ABSTRACT

The development of products for the structural ceramics industry is based on formulations involving mixtures of two or more clays, generally based only on empirical knowledge. Given this, it is important to carry out studies to arrive at an appropriate proportion between raw materials, assuming that scientific knowledge will result in a quality final product without waste. Therefore, this work aims to characterize raw materials from the municipality of União (PI) and develop formulations composed of 3 (three) clays industrially used for the production of sealing blocks and analyze their properties in comparison with the binary formulation used by the factory. The raw materials were characterized using the following techniques: energy-dispersive X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffractometry (XRD), thermogravimetry (TG) and scanning electron microscopy (SEM). For the formulated specimens, they were analyzed through technological tests: fire loss (PF), linear shrinkage (RL), water absorption (AA), apparent porosity (PA), apparent specific mass (MEA) and tension test. rupture and flexion. The results in the diffractograms showed the presence of kaolinite, orthoclase and quartz for the three clays, the latter presenting the most intense peak. Among the three clays studied, two of them presented a moderately plasticity index, the black and red clay, while the yellow clay was weakly plastic. The clays had similar grain size curves and different grain sizes, but the yellow and black clays had similar grain sizes observed in the SEM. The macrostructural analysis of the ceramic materials showed a reddish firing color and shape stability. All specimens presented TRF values above those recommended for the production of ceramic sealing bricks. The formulations developed called F0, F1, F2.F3 and F4 presented satisfactory results regarding technological tests in relation to the standard formulation developed by the factory, making them compatible with use in industry. Formulations F1 (60% - 20% - 20%) and F4 (40% - 30% - 30%), presented the highest mechanical resistance values (19.95 MPa) and (10.65 MPa).

Keywords: Red ceramic; fence bricks; formulations.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Recursos Minerais do estado do Piauí.....	20
Figura 2 – Localização da cidade de União	21
Figura 3 – Representação esquemática da folha tetraédrica (A) e octaédrica (B).	23
Figura 4 – Argilas utilizadas na pesquisa	26
Figura 5 – Fluxograma do procedimento experimental	27
Figura 6 – Moinho de Martelo.....	28
Figura 7 – Moinho de Bolas.....	28
Figura 8 – Equipamento de Fluorescência de raios-X.....	29
Figura 9 – Equipamento de DRX – Modelo XRD- 6000 e marca Shimadzu	30
Figura 10 - Aparelho de casa grande.....	33
Figura 11 – Ensaio de Casagrande.....	34
Figura 12 – Mistura das argilas umidificadas.	39
Figura 13 – Difrátogramas das argilas.	48
Figura 14 – Gráficos das curvas granulométricas das argilas.	50
Figura 15 – Micrografias das argilas preta, amarela e vermelha.....	52
Figura 16 – Resultado da propriedade tecnológica perda ao fogo	55
Figura 17 – Resultado de retração linear de secagem das argilas.....	56
Figura 18 – Resultado da propriedade tecnológica retração linear de queima	57
Figura 19 – Resultado da propriedade tecnológica retração linear de queima.....	58
Figura 20 – Resultado da propriedade tecnológica porosidade aparente.....	59
Figura 21 – Resultado da propriedade tecnológica massa específica aparente	60
Figura 22 – Resultado da tensão de ruptura à flexão a três pontos.	61
Figura 23 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F0	62
Figura 24 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F1	63
Figura 25 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F2	63
Figura 26 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F3	63
Figura 27 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F4	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Nomenclatura das argilas do estudo	26
Tabela 2 – Classificação <i>versus</i> índice de plasticidade	37
Tabela 3 - Classificação das massas cerâmicas segundo sua plasticidade	37
Tabela 4 – Formulações das massas cerâmicas realizadas nas pesquisas.	38
Tabela 5 – Valores de teor de resíduos das argilas.....	45
Tabela 6 – Fluorescência de raio-X (FRX) das argilas	46
Tabela 7 – Composição química dos resíduos das argilas.....	47
Tabela 8 – Distribuição granulométrica da argila vermelha	51
Tabela 9 - Limites de Atterberg das amostras.	52
Tabela 10 – Resultados do ensaio índice de plasticidade	53

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IBRAM	Instituto Brasileiro de Mineração
IFPI	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí
LEM	Laboratório Interdisciplinar de Materiais
NBR	Norma Brasileira
SEBRAE	Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas
SENAC	Serviço Nacional de Aprendizagem do Comércio
UFPI	Universidade Federal do Piauí

LISTA DE SÍMBOLOS

% Porcentagem

g grama

kg quilograma

Km quilometro

Min minutos

°C Grau Celsius

mm milímetros

θ Teta

Mpa Mega Pascal

Cu Cobre

λ Comprimento de onda

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	OBJETIVOS	15
1.1.1	Objetivo Geral.....	15
1.1.2	Objetivos Específicos	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1	CERÂMICA VERMELHA	16
2.2	INDÚSTRIA CERÂMICA VERMELHA BRASILEIRA.....	18
2.3	CERÂMICA VERMELHA NO PIAUÍ	20
2.4	ARGILAS.....	23
2.4.1	Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$).....	23
2.4.2	Clorita ($(\text{Mg}, \text{Al}, \text{Fe})_3 (\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot (\text{Mg}, \text{Al}, \text{Fe})_3 (\text{OH})_6$).....	25
2.4.3	Ilita $[(\text{K}, \text{H}_3\text{O}) (\text{Al}, \text{Mg}, \text{Fe})_2 (\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}[(\text{OH})_2, \text{H}_2\text{O}]$	26
3	MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1	MATERIAIS	27
3.2	MÉTODOS	28
3.2.1	Preparação das matérias-primas.....	30
3.2.2	Caracterizações das matérias-primas	29
3.2.2.1	Espectroscopia de Fluorescência de raio-X (FRX).....	30
3.2.2.2	Difração de Raio- X (DRX).....	31
3.2.2.3	Ensaio de determinação do teor de resíduo (R%).....	32
3.2.2.4	Ensaio de análise de Granulometria.....	32
3.2.2.5	Ensaio de determinação dos limites de Atterberg.....	33

3.2.2.5.1	<i>Limite de liquidez (AE) ou limite mínimo de plasticidade (LP).....</i>	35
3.2.2.5.2	<i>Limite de liquidez (LL).....</i>	35
3.2.2.5.3	<i>Índice de plasticidade.....</i>	36
3.2.2.6	<i>Análise de Microscopia Eletrônica de Varedura (MEV).....</i>	37
3.2.3	Preparação das formulações.....	37
3.2.4	Preparação dos corpos de prova.....	39
3.2.4.1	Caracterizações realizadas nos corpos de prova.....	40
3.2.4.1.1	<i>Retração linear após a secagem (RLs)</i>	40
3.2.4.1.2	<i>Retração linear após a queima (RLq).....</i>	40
3.2.4.1.3	<i>Perda ao fogo (PF)</i>	41
3.2.4.1.4	<i>Porosidade aparente (PA)</i>	41
3.2.4.1.5	<i>Absorção de água (AA)</i>	42
3.2.4.1.6	<i>Massa específica aparente (MEA)</i>	42
3.2.3.1.7	<i>Tensão de Ruptura à Flexão de três pontos (TRF)</i>	43
3.2.3.1.8	<i>Análise Macroestrutural</i>	44
4	RESULTADOS	44
4.1	Espectroscopia de fluorescência de raio-X (FRX).....	44
4.2	Ensaio de Teor Residual.....	46
4.3	Análise de difratometria de raio – X (DRX).....	47
4.4	Ensaio de Distribuição Granulometria por peneiramento	49
4.5	Análise Térmica de Termogravimetria (TG).....	51
4.6	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	52
4.7	Limites de Atterberg das amostras	53
4.8	Ensaio Tecnológicos	54

4.8.1	Perda ao fogo (PF)	54
4.8.2	Retração linear.....	55
4.8.3	Absorção de água (AA)	56
4.8.4	Porosidade aparente (PA)	58
4.8.5	Massa específica aparente (MEA)	59
4.8.6	Tensão de ruptura à flexão (TRF)	60
4.8.7	Análise macroestrutural dos corpos de provas queimados	61
5	CONCLUSÃO	64
	REFERÊNCIAS	65

1 INTRODUÇÃO

O Brasil é um grande detentor de depósitos argilas, dispondo de milhares de jazimentos e empresas especializadas por todo território nacional. O desenvolvimento de produtos para a indústria de cerâmica estrutural baseia-se na formulação de massas cerâmicas envolvendo a misturas de duas ou mais argilas, utilizando-se de métodos baseados apenas no conhecimento empírico. A formulação das argilas, devem ser feitas de maneira criteriosa e com o conhecimento prévio da composição da matéria-prima, o que possibilita determinar a qualidade do produto (KIEUFACK et al, 2023).

A argila é a principal matéria prima utilizada na produção de cerâmica vermelha. É um material terroso, de granulação fina (partículas de diâmetros em torno de 2 μm), muito plástica quando umedecida. Sua constituição se dá por argilominerais, que são silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio, podendo conter matéria orgânica, sais solúveis ou outros minerais (GOMES, 1988). E segundo Santos (1989) a argila é um material natural, terroso, de granulação fina, que geralmente adquire quando umedecido com água certa plasticidade, quimicamente são formadas essencialmente por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio.

Os materiais argilosos são geralmente materiais heterogêneos, cujas propriedades dependem da sua formação geológica e da localização da extração. Em geral, observa-se grande complexidade e variabilidade composicional em argilas extraídas de jazidas distintas, em decorrência de suas características e particularidades geológicas. Sendo assim, evidencia-se a necessidade de pesquisas que buscam a caracterização das argilas dessas jazidas, a fim de se poder extrair o real potencial tecnológico (SILVA et al, 2018)

O Estado do Piauí possui uma geologia de potencialidades minerais diversificadas, porém muitas indústrias cerâmicas piauienses desconhecem cientificamente suas matérias-primas argilosas aplicadas na produção. Isto condiciona a uma elaboração de massa de forma empírica, o que provoca em muitas vezes perdas significativas de produção e prejuízo financeiro, pois a peça obtida após a queima não pode ser reaproveitada na linha de produção. Deste modo, o desenvolvimento da massa cerâmica se transforma em uma mistura de tentativa de sorte ou erro (SOARES, 2008).

Diante do apresentado, este trabalho pretende apresentar o estudo das características físicas e químicas de três argilas já utilizadas em linha de produção em uma cerâmica na cidade de União, porém uma das argilas foi removida do processo, pois apresentou perda de qualidade no produto final, quando formulada. É importante ressaltar que as argilas dessa região ainda não foram caracterizadas cientificamente. Ainda este trabalho tem o intuito de propor formulações de massas cerâmicas com base nos conhecimentos científico de cada argila, de maneira que possibilite uma melhoria ou permanência da qualidade dos produtos finais.

OBJETIVOS

1.1.1 Geral

É investigar cientificamente três tipos de argilas já utilizadas no setor produtivo oriundas da cidade de União - PI e propor formulações para melhoria da qualidade do produto final.

1.1.2 Específicos

- Determinar mineralogicamente e quimicamente as três argilas, oriundas da indústria cerâmica da cidade de União;
- Propor formulações contemplando teores diferentes entre três argilas, queimadas nas temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C;
- Realizar ensaios tecnológicos dos corpos cerâmicos para verificar a melhoria da qualidade do produto final, a partir das formulações propostas;
- Recomendar a formulação mais viável economicamente e industrialmente para a produção de tijolos de vedação, sem comprometimento da qualidade.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CERÂMICA VERMELHA

A cerâmica, que é praticamente tão antiga quanto à descoberta do fogo, mesmo utilizando os antigos métodos artesanais, pode produzir artigos de excelente qualidade. Nos últimos anos, acompanhando a evolução industrial, a indústria cerâmica adotou a produção em massa, garantida pela indústria de equipamentos, e a introdução de técnicas de gestão, incluindo o controle de matérias-primas, dos processos e dos produtos fabricados (ALMEIDA et al, 2020).

Os mais antigos traços de materiais cerâmicos são fragmentos de louças, a base de argila, elaboradas na china pré-histórica. Esse tipo de cerâmica, que faz parte das cerâmicas chamadas tradicionais. Porém a partir da metade do século passado, com o desenvolvimento tecnológico de novos processos de elaboração e caracterização, materiais cerâmicos inovadores, chamados cerâmicas avançadas ou de engenharia, começaram a serem desenvolvidos, aumentando consideravelmente a área de aplicações desses materiais (MATENCIO, 2020).

A cerâmica vermelha, também conhecida como cerâmica estrutural, é a denominação atribuída à categoria de produtos que são utilizados na construção civil, como tijolos, blocos, telhas e elementos vazados, e têm como característica sua cor avermelhada devido a presença do teor de óxido do ferro acima de 5%, quando o produto passa por tratamento térmico. Estes produtos são derivados da argila, a qual é definida como uma rocha finamente dividida, constituída essencialmente de argilominerais, podendo apresentar concentrações de outros minerais como quartzo, mica, pirita, hematita, matéria orgânica e outras impurezas (SANTOS, 1989).

O produto cerâmico tornou-se altamente comercializado e com o passar dos anos começaram-se os avanços do setor, por volta do ano de 1950 os italianos, a fim de obter melhoras no desenvolvimento do produto, adquiriram conhecimento do processo produtivo e das composições químicas. Para isso, houve necessidade de um maior esforço durante a produção, as matérias primas foram criteriosamente selecionadas para gerar a cerâmica com propriedades finais desejadas, resultando em produtos com menos defeitos, tais como: trincas; quebras; alta absorção de água, menor resistência mecânica e “coração negro” (CICHELLA, 2022).

Os materiais cerâmicos são de extrema importância na construção civil, são versáteis e abundantes, possuem diversidade de formatos e cores, e possuem

propriedades de interesse, como a resistência à ataques químicos, alta dureza, resistência à compressão. Por sua importância, estão em constante processo de desenvolvimento científico e tecnológico, buscando melhorias no produto final, como também no processo de produção através otimização e da sustentabilidade que visa economizar água, energia e matéria-prima. Os produtos cerâmicos podem ser classificados em diferentes tipos: cerâmica vermelha, cerâmica branca, materiais de revestimento, materiais refratários, entre outros (SEBRAE, 2023).

Acerca do método de fabricação da cerâmica vermelha, trata-se de um processo complexo e necessita ser analisado sempre de forma global, envolvendo todas as etapas processo. No geral, o processamento é composto por uma sequência de etapas integradas que vai desde a escolha da matéria-prima até a etapa do tratamento térmico da peça, porém, sendo quatro as etapas principais: a preparação da massa, conformação, secagem e tratamento térmico, respectivamente. Em todas essas etapas devem ou pelo menos deveriam ser analisadas e otimizadas de forma conjunta, para se obter a microestrutura necessária e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas desejadas (RACANELLI et al, 2020).

O bloco cerâmico é um dos elementos de construção mais antigos, havendo relatos de sua utilização pelo homem desde 4.000 A.C. em edificações, os materiais cerâmicos destacam-se pela sua durabilidade e pela facilidade da sua fabricação, dada a abundância da matéria-prima que o origina, a argila. A alvenaria feita com bloco cerâmico constitui o método de produção mais antigo e mais utilizado. Os tijolos são produzidos a partir da argila, geralmente sob a forma de paralelepípedo, possuem coloração avermelhada e apresentam canais/furos ao longo de seu comprimento (ALMEIDA, 2014).

Os dois tipos de blocos cerâmicos são os de vedação e os estruturais. Os blocos de vedação são aqueles destinados à execução de paredes que suportarão o peso próprio e pequenas cargas de ocupação (armários, pias, lavatórios) e geralmente são utilizados com os furos na posição horizontal. Os blocos estruturais, além de exercerem a função da vedação, também são destinados à execução de paredes que constituirão a estrutura resistente da edificação, podendo substituir pilares e vigas de concreto. As Principais normas usadas para produção dos blocos cerâmicos as normas que devem ser seguidas para se obter produtos de qualidade são:

- NBR 15270-1 - Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação;
- NBR 15270-2 - Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural;
- NBR 15270-3 - Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e de vedação – Métodos de Ensaio;
- Portaria Inmetro nº 152, de 08 de setembro de 1998: estabelece as condições para comercialização dos blocos cerâmicos para alvenaria (dimensões e marcações) e a metodologia para execução do exame de verificação da conformidade metrológica dos mesmos.

Algumas propriedades comuns entre cerâmicas são a má condução elétrica e térmica, devido ao fato de os elétrons de valência estarem presos em ligações e não livres como em metais; a força compressiva, pois a cerâmica é mais forte na compressão do que na tração; a fragilidade, pois a maior parte das cerâmicas é quebradiça à temperatura ambiente devido a ligação iônico-covalente mista que mantém os átomos constituintes juntos; e a insensibilidade química, visto que um grande número de cerâmicas é estável em ambientes químicos e térmicos agressivos (AGUIAR, 2022).

Na indústria cerâmica pode acontecer a perda de blocos cerâmicos durante sua produção. Isso ocorre por diversos fatores, tais como: a qualidade da matéria-prima utilizada, o controle de qualidade realizado durante a fabricação, a tecnologia utilizada, modo de prensagem, umidade da argila, entre outros. Dentre os defeitos que impossibilitam a venda, é possível citar trincas, rachaduras, quebras, orifícios (JÚNIOR; OLIVEIRA, 2021).

2.2 INDÚSTRIA CERÂMICA VERMELHA BRASILEIRA

O setor cerâmico brasileiro é reconhecido no mercado internacional, ocupando a terceira posição em produção e consumo. O Brasil é também o 6º maior exportador mundial, com vendas para mais de 110 países. No topo da lista, o grupo norte-americano Mohawk Industries mantém-se líder, reforçando a sua posição com as aquisições da empresa mexicana Vitromex (junho de 2022) e da brasileira Elizabeth (novembro de 2022), que aumentaram a sua capacidade instalada para mais de 300 milhões de metros quadrados (ANFACER, 2023).

A produção média anual brasileira é estimada em cerca de 100 bilhões de peças cerâmicas, sendo 30% correspondente à produção de telhas e 70% em blocos cerâmicos, com faturamento anual estimado em R\$ 30 bilhões de reais, responsável por cerca de 300 mil postos de trabalho direto e pouco mais de 900 mil empregos indiretos. Este segmento industrial é de fundamental e de notória importância para o suporte à construção civil, por terem seus produtos majoritariamente destinados a este setor, impulsionando também o desenvolvimento econômico, social, local e regional (FERREIRA et al, 2023).

O Brasil é grande possuidor de argilas, dispondo de milhares de jazimentos e empresas especializadas por todo território nacional, consumindo milhões de toneladas de argila todos os anos. Entretanto, a maioria das argilas não é devidamente caracterizada, dificultando seu pleno aproveitamento industrial, desagregando valor à cerâmica, visto que há uma diminuição na qualidade e homogeneização das propriedades do produto (RAMOS et al, 2019).

A ausência de estudos preliminares é refletida diretamente nos métodos de extração e beneficiamento, que na sua maioria são métodos conservadores. Isso, muitas vezes, gera uma baixa produção, elevado índice de perda e, em casos extremos, o esgotamento prematuro do depósito (BRAGA et al.2014). O conhecimento da composição das argilas tem tanto valor acadêmico quanto interesse comercial. As pesquisas de matérias-primas argilosas empregadas nas indústrias de cerâmica vermelha estrutural têm como foco a obtenção de informações que possam aportar o desenvolvimento de produtos e processos, onde o resultado poderá ser refletido através da obtenção de produtos de melhor qualidade (BRITO, 2015).

A composição mineralógica das argilas influi diretamente nas suas características plásticas. O controle da plasticidade é baseado na mistura de argilas não plásticas (argilas magras) com argilas plásticas (argilas gordas). Uma mistura inadequada acarreta no desperdício de matéria prima, elevação dos custos e na grande produção de peças quebradiças e com imperfeições, sendo essas peças tratadas como resíduo das atividades de processamento (PRACIDELLI; MELCHIADES, 1997).

O excesso de material plástico dificulta a moldagem das peças em virtudes do seu elevado grau de aderência, tornando o processo inviável; para reduzir esse efeito é necessário introduzir a massa argilas com maior teor de impurezas misturas

aos argilominerais facilitando o processo de fabricação através de um processo adequado de mistura, a fim de obter uma massa homogênea (AMARAL, 2016).

A maioria das indústrias de cerâmicas vermelhas, opta por utilizar a mistura de uma argila de alta plasticidade, granulometria fina e composição essencialmente de argilominerais; com uma argila rica em quartzo e menos plástica (TEIXEIRA et al, 2001; CABRAL JUNIOR et al, 2008). A formulação com dois ou mais tipos de argilas, se feita de maneira criteriosa e com o conhecimento científico prévio da composição da matéria-prima, resultará num produto final de qualidade e sem desperdícios e, claro, com viés economicamente viável para comercialização competitiva do produto final (LINHARES JUNIOR, 2015).

Segundo Aquino (2019) o conhecimento prévio acerca dos minerais é valioso, tendo em vista que esses são constituintes básicos das rochas, das quais são formados os diversos tipos de argilominerais. O conhecimento químico e mineralógico a respeito dos minerais é de extrema importância pois implicará nas características dos produtos minerais e no seu desempenho final, além da funcionalidade intrínseca, na pureza mineralógica, do teor e da natureza de contaminantes, na estrutura cristalina ou adsorvidas na superfície das partículas, na morfologia e na distribuição dos tamanhos das partículas desenvolvidos após processamento físico final.

2.3 CERÂMICA VERMELHA NO PIAUÍ

O estado do Piauí, situado na região nordeste do Brasil, estão instaladas 123 empresas de cerâmica vermelha, produzindo em conjunto cerca de 77.000 milhares/mês, em sua maioria de blocos cerâmicos, seguida de telhas extrudadas e caneleiras. Os principais polos de produção estão distribuídos em Teresina, Campo Maior, Barra, Piracuruca, Batalha, entre outros (MOURA, 2022). A cerâmica vermelha piauiense apresenta uma boa aceitação mercadológica, seja no cenário regional ou nacional, grande parte de sua produção, aproximadamente 50%, é exportada para os estados de Pernambuco, Pará, Ceará e Bahia (ARAÚJO, 2019).

O Piauí é referência regional no ramo de cerâmica vermelha, em especial na qualidade de seus produtos, formando um dos arranjos produtivos de maior rentabilidade e gerador de empregos tanto diretos como indiretos. O estado do Piauí, assim como em todo o Brasil não existem estudos de caracterização das argilas

utilizadas na indústria cerâmica vermelha. As indústrias do Estado sofrem com elevados índices de perdas de produção e a não prática do uso sustentável da matéria-prima (BRITO, 2015).

Apesar do grande potencial do Piauí, o mercado da indústria cerâmica no estado é pouco desenvolvido. Um dos problemas enfrentados por muitas indústrias cerâmicas piauienses é o desconhecimento científico das matérias-primas argilosas aplicadas na produção. Isto condiciona a uma elaboração de massa de forma empírica, o que provoca em muitas vezes perdas significativas de produção e prejuízo financeiro, pois a peça obtida após a etapa de tratamento térmico, não pode ser reaproveitada na linha de produção. Desse modo, o desenvolvimento da massa cerâmica se transforma em uma mistura baseada em tentativas de erros (SOARES, 2014).

No estado do Piauí, atualmente foi descoberto como um potencial mineral. Dentre os minérios a argila é uma das matérias-primas que apresenta grande relevância para a indústria da construção civil e da cerâmica vermelha. A argila é uma das principais alternativas para alavancar a economia do Estado. Essas argilas são facilmente encontradas na região de Picos, em particular, nas cidades de Campo Grande do Piauí, São José, Jaicós e Oeiras (IBRAM, 2008). A natureza dos terrenos do território do Piauí é altamente favorável, devido a isso, o estado é capaz de atrair muitos investidores para prospectar o potencial mineral do Estado. Porém o Piauí ainda é carente de infraestrutura para o transporte de minérios. (IBRAM, 2016).

No Estado do Piauí existem três tipos principais de depósitos de argilas, a saber: as sedimentares (argila de queima vermelha em bacias sedimentares antigas, comumente chamada de “taguá”), de natureza aluvionar (ocorre no fundo dos vales – argila de várzea) e residuais (planícies costeiras atuais – argila comum ou para cerâmica vermelha). A argila aplicada em Cerâmica Vermelha é muito abundante no Piauí, com as suas principais jazidas localizadas nas Cidades de Teresina e José de Freitas, sendo possível encontrá-la também em Campo Maior, Picos, Piracuruca, Jaicós, Parnaíba, Valença e Floriano (PEREIRA FILHO, 2020).

A cidade de União- PI, apresenta solos argilosos, dos quais estão sendo utilizados industrialmente no setor da cerâmica vermelha, na produção de produtos como tijolos e telhas. Contudo o conhecimento técnico-científico a respeito das argilas nesta região é desconhecido, sendo importante o desenvolvimento de pesquisas científicas das matérias-primas na cidade piauiense (AGUIAR, 2004).

A Figura 1 apresenta a localização do município de União nas demarcações do estado do Piauí.

Figura 1 – Localização da cidade de União.



Fonte: CAMPOS et al, (2021).

A geologia da cidade de União apresenta solos plintossolos álicos de textura média, fase complexo campo maior. Solos podzólicos vermelho-amarelos, plínticos e não plínticos com transições vegetais caatinga/cerrado caducifólio, floresta ciliar de carnaúba e caatinga de várzea e, secundariamente, solos arenosos essencialmente quartzosos, profundos, drenados, desprovidos de minerais primários, de baixa fertilidade, com transições vegetais, fase caatinga hiperxerófila e/ou cerrado sub-caducifólio/floresta sub-caducifólia e/ou carrasco (IBGE– 1977).

2.4 ARGILAS

As argilas são materiais naturais de textura terrosa, granulação fina, constituída essencialmente de argilominerais como caulinita, haloisita, entre outros, podendo também conter outros minerais (quartzo, mica, pirita, hematita, etc.), matéria orgânica e impurezas. Os argilominerais são os minerais característicos das argilas e fornecem a elas algumas de suas características específicas como plasticidade, compactação, resistência mecânica após a secagem e após o tratamento térmico (SILVA; PEREIRA, 2021).

Os principais constituintes das argilas, são os argilominerais, caracterizados quimicamente como silicatos de alumínio hidratados, podendo conter magnésio, ferro, cálcio, sódio, potássio, lítio e outros elementos. Estes constituem a “fração argila” de uma massa argilosa, pois é a fração que contém as partículas com diâmetros inferiores a 2 μm , por isso estes minerais apresentam uma elevada área superficial específica. Além de argilominerais, outros materiais comuns na composição de argilas são matéria orgânica, sais solúveis, materiais amorfos e os minerais pirita (FeS_2), quartzo (SiO_2), mica, calcita (CaCO_3), dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) (SANTOS, 1989).

Os grupos fundamentais com os quais são construídos todos os tipos de estruturas cristalinas dos argilominerais são os grupos tetraédricos de sílica e octaédricos formados por átomos ou íons de oxigênio e de íons hidroxila ao redor de pequenos cátions. Os grupos tetraédricos estão ligados entre si formando folhas hexagonais contínuas e os grupos octaédricos estão ligados hexagonalmente em folhas octaédricas. Os argilominerais estão divididos em lamela 1:1 na qual, possuem uma folha octaédrica ligada a uma folha tetraédrica e o tipo mais comum de argila é a caulinita e lamela 2:1 possuem uma folha octaédrica entre duas folhas tetraédricas e o argilomineral montmorilonita é a mais abundante do grupo das esmectitas e com maior relevância tecnológica, devidos suas diversas aplicações industriais (MARTINS, 2021).

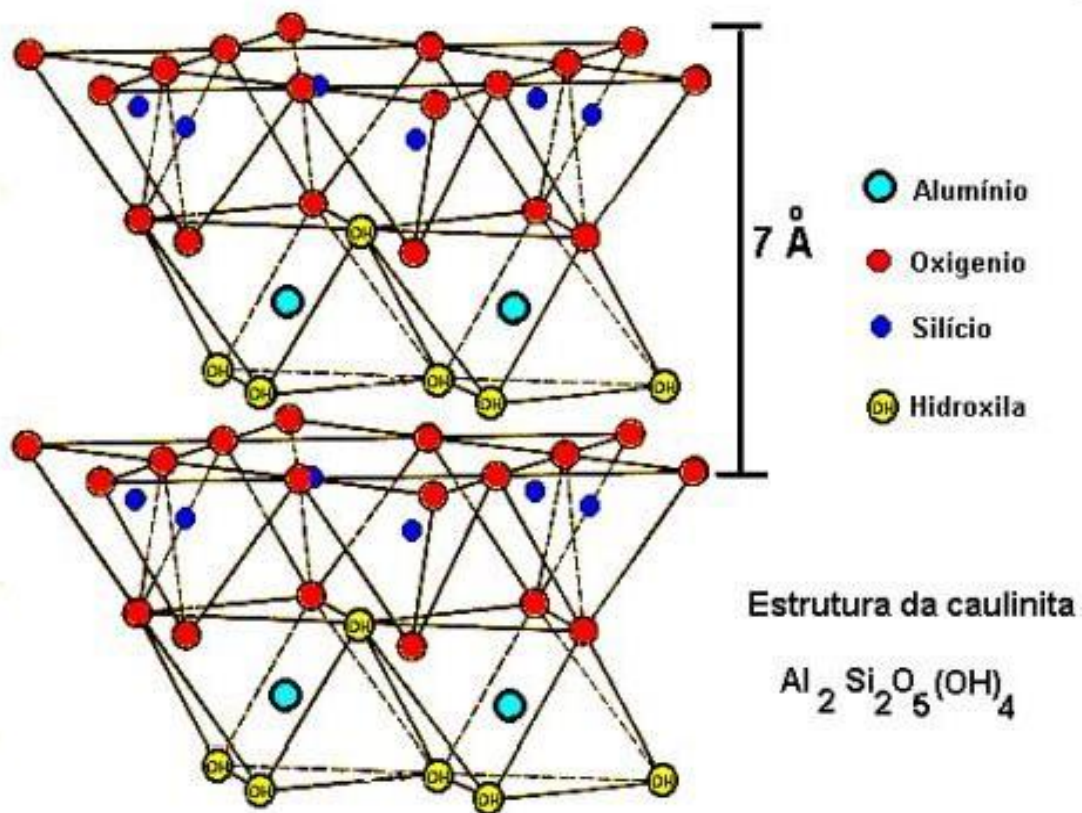
2.4.1 Caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$)

A caulinita, cuja fórmula química é $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, compõe as argilas plásticas usualmente presentes na indústria cerâmica, por ser constituída de partícula finas,

além de ser inerte aos agentes químicos. Não apresenta expansividade ao úmido, pois a coesão eletrostática, intensificada por forças de van der Waals, juntamente com as ligações de hidrogênio em camadas de hidroxila e átomos de oxigênio adjacentes, conferem-lhe essa estabilidade. Pura, em estado de secagem ao tempo, é pouco plástica e tem baixa resistência mecânica. Perde água de constituição ao ser submetida a temperaturas entre 550° C e 650° C e pode ser sinterizada a 1250 °C, fundindo-se a 1700 C. Após a queima, apresenta coloração branca. (VINCENSI, 1999).

A caulinita é um argilominerais da família caracterizada pela estrutura 1:1 (T-O), ou seja, uma camada de uma única folha tetraédrica e uma folha octaédrica (Figura 2). A sua gênese está correlacionada com a dissolução dos grãos de feldspato ou com a transformação de outros minerais argilosos. Em geral, ocorrem em arenitos preenchendo os poros e, por vezes, recobrindo grãos e seus cristais, geralmente, são grandes o suficiente para serem reconhecidos em lâmina delgada (MURRAY, 2000).

Figura 2 – Representação esquemática da camada estrutural básica da caulinita

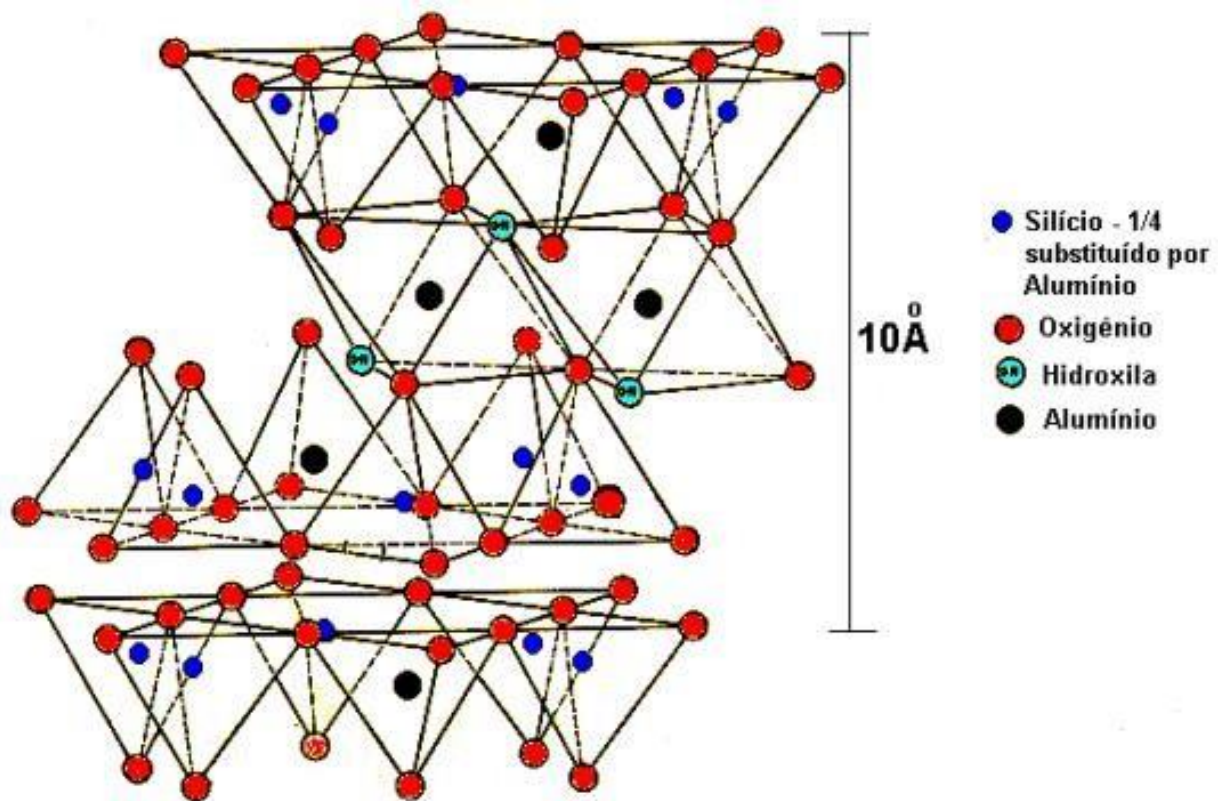


Fonte: Poppe et al. (2015).

2.4.2 Clorita $(\text{Mg, Al, Fe})_3(\text{Si, Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot (\text{Mg, Al, Fe})_3(\text{OH})_6$

A clorita são aluminossilicatos hidratados cuja estrutura 2:1 é caracterizada pela alternância entre folhas octaédricas de MgOH (brucita). As camadas 2:1 são negativamente carregadas e possuem Al e Si nas folhas tetraédricas, e Mg, Fe e/ou Al nas octaédricas e distanciamento basal deste argilomineral é de 14 Å (WORDEN & MORAD, 2003). A Figura 3 é apresentado a representação esquemática da clorita.

Figura 3 – Representação esquemática da camada estrutural básica da clorita



Fonte: Grim (1968).

A clorita possui diversas formas de gênese. Devido a este fato, possui uma ampla variabilidade de hábitos, composições e padrões de distribuição em arenitos. Os principais processos de autigênese da clorita em arenitos são as reações de transformação de argilominerais, dissolução ou substituição de grãos de compostos ferromagnesianos (GAUPP et al., 1993).

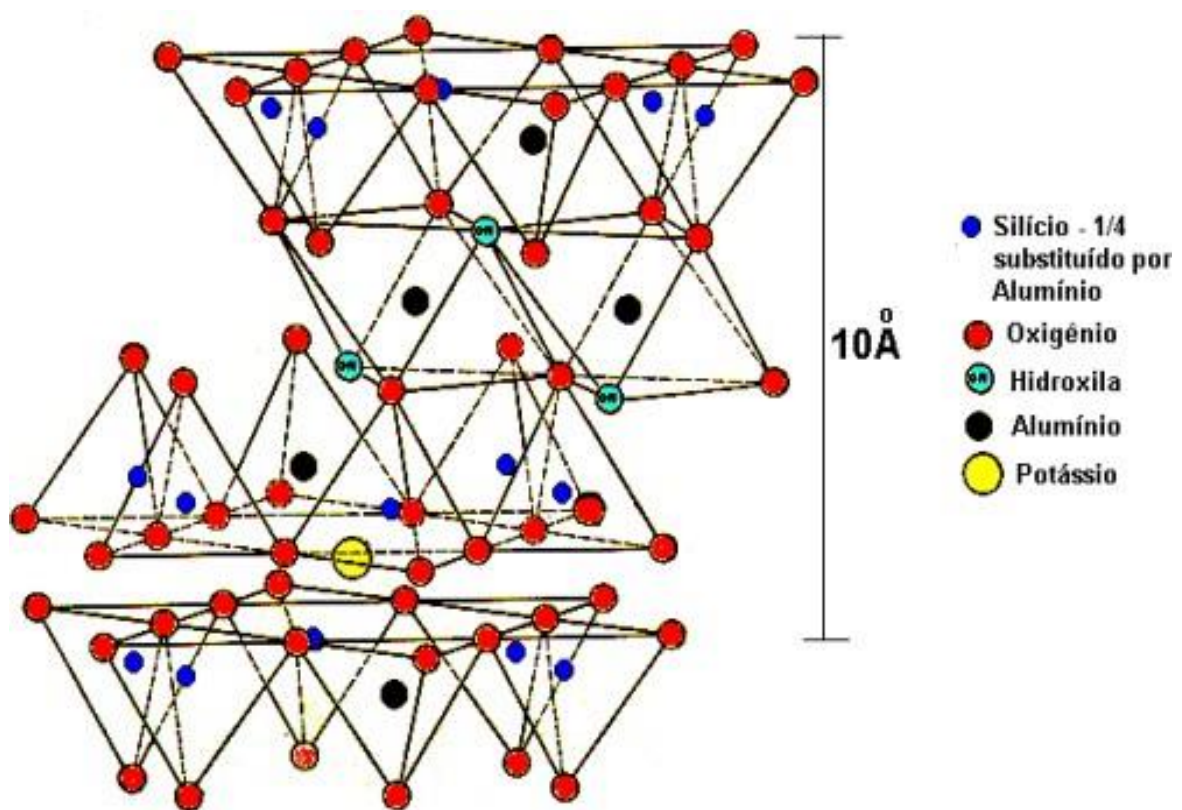
Segundo Wilson et al. (2014), a clorita é observada englobando os grãos detríticos de quartzo, ou seja, ocorre revestindo os poros. Desta forma, a clorita pode inibir o crescimento secundário de quartzo (overgrowth). Em lâmina delgada

possuem a cor verde-pálido a incolor.

2.4.3 Ilita $[(K, H_3O)(Al, Mg, Fe)_2(Si, Al)_4O_{10}[(OH)_2, H_2O]]$

Os minerais do grupo da ilita são aluminossilicatos hidratados potássicos e se caracterizam, por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha octaédrica central e são designadas como um mineral de camada 2:1 (T-O-T) com moléculas de água entre as camadas (Figura 4).

Figura 4 – Representação esquemática da camada estrutural básica da ilita



Fonte: Grim (1968).

Este é o grupo mais frequente nas argilas. As suas estruturas assemelham-se a micas microscópicas, das quais derivam por divisão física e alteração química. Além de ter sua gênese relacionada às micas, a ilita pode ser formada a partir da alteração de feldspato, piroxênios e anfibólios com fluidos meteóricos e/ou transformada diageneticamente a partir da alteração da caulinita em fluidos que contém uma elevada taxa de potássio (PASSOS FILHO, 2019).

A illita, difere da montmorilonita por não apresentar inchaço entre as camadas por água ou compostos orgânicos, indisponibilizando para troca os íons de potássio intrínsecos que a compõem. Ao contrário, os íons superficiais podem ser trocados por outros cátions. A propósito, a illita é um silicato de alumínio hidratado com significativo teor de óxido de potássio e apresenta-se na forma de grãos muito finos, conferindo plasticidade à argila. Sua contração linear na secagem varia entre 4 e 11% e na queima de 9 a 15%, com ponto de amolecimento entre 1050 °C e 1150 °C. Contém ferro, este que é liberado em forma de hematita quando a temperatura alcança 900 °C, ou próxima. Dessa forma, contribui para a cor avermelhada do produto final. (VINCENSI, 1999).

A illita é uma argila de alta relação superfície específica/volume, dando a ela uma alta capacidade de reter água irremovível adsorvida. Sendo assim, a identificação da mesma em uma formação reservatório é de suma importância. Visto que, esse dado se torna um fator essencial para a interpretação dos resultados fornecidos pelos perfis de saturação de água. Por vezes, as fibras de illita podem se quebrar e migrar, tamponando as gargantas dos poros (ALMON & DAVIES, 1981).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O desenvolvimento e execução desta pesquisa foi realizado no Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) – IFPI, e parcerias com a Universidade Federal do Piauí, Universidade Federal da Paraíba e com uma indústria cerâmica da cidade de União- PI. Este trabalho foi realizado entre os anos de 2022 e 2023. As matérias-primas utilizadas neste trabalho foram fornecidas pela própria indústria cerâmica, já extraídas e beneficiadas por aproximadamente 6 meses de extração.

3.1 MATERIAIS

Os três tipos de argilas utilizadas nesta pesquisa são usados na indústria de cerâmica vermelha na cidade de União- Piauí. Essas três matérias-primas foram nomeadas e identificadas como AP, AV e AA para o melhor entendimento ao longo do estudo, conforme mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 – Nomenclatura das argilas do estudo.

Nomenclatura das argilas	
Matérias-primas	Nomenclatura
Argila Preta	AP
Argila Amarela	AA
Argila Vermelha	AV

Fonte: O autor, (2023).

As argilas AP e AA são usadas atualmente na linha de produção de produtos cerâmicos, porém a argila AV foi removida do processo produtivo, devido perda de qualidade no produto final, devido a presença de defeitos como trincas e quebras nas peças produzidas. A Figura 5 apresenta ilustrações das argilas, devidamente identificadas.

Figura 5 – Argilas utilizadas na pesquisa.



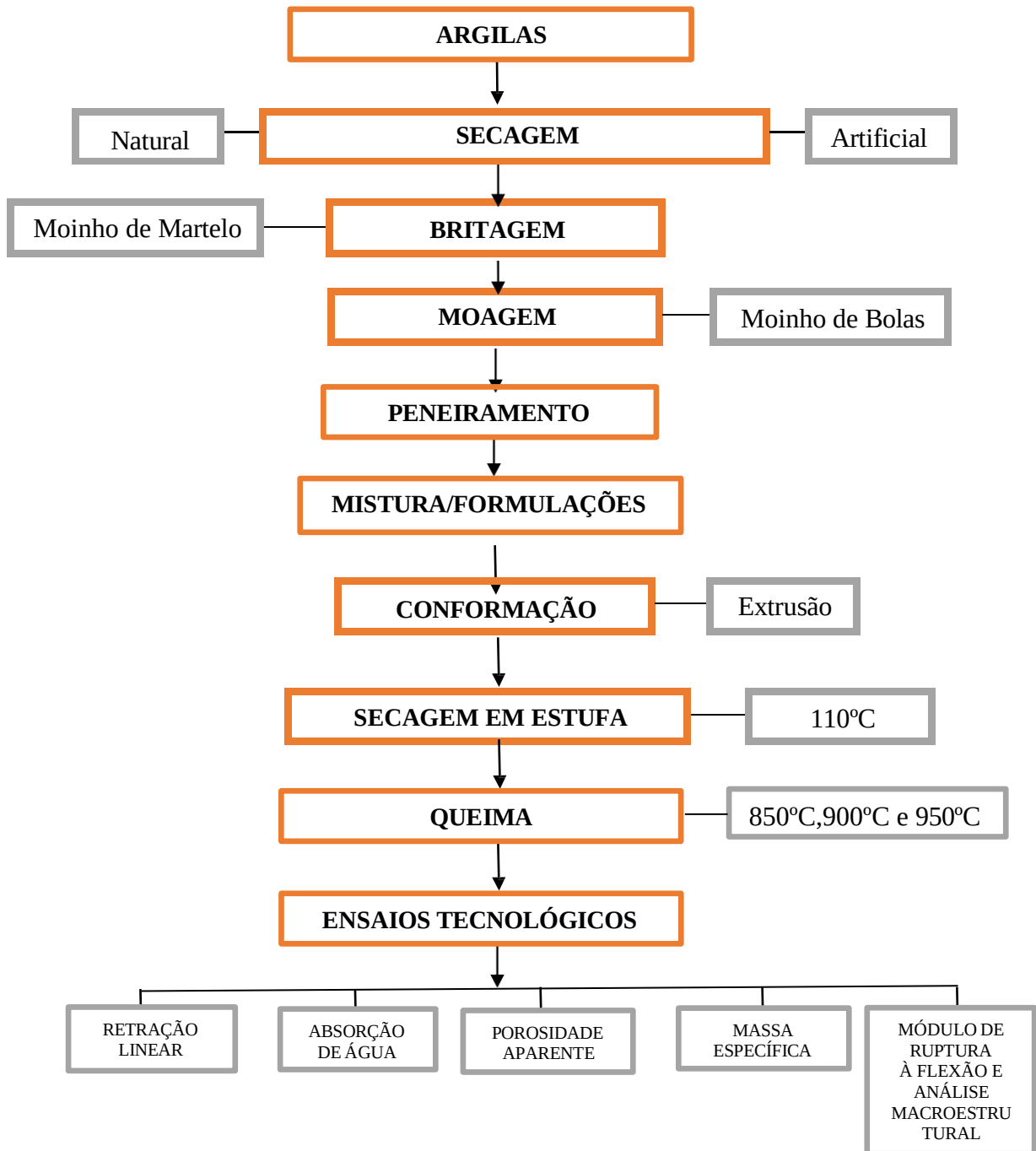
Fonte: O autor, (2023).

3.2 MÉTODO

A proposta deste trabalho consiste em realizar as caracterizações química, física e mineralógicas das três argilas, além da realização dos ensaios tecnológicos.

Através do fluxograma apresentado na Figura 6 é possível visualizar as etapas que compreenderam o procedimento experimental da pesquisa.

Figura 6 – Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: O autor, (2023).

3.2.1 Preparação das matérias-primas

A argila foi inicialmente seca em temperatura ambiente e posteriormente destorroada em moinho martelo da marca TRAPP pertencente ao (LEM) - IFPI. Esse equipamento tem acoplado uma peneira com abertura de malha de 2,47mm. Ao passarem pelo moinho martelo separadamente, cada argila foi peneirada em uma peneira com abertura de 50 mesh (0,297mm). Essa etapa foi importante para a obtenção de uma granulometria adequada.

Logo após, as amostras foram separadas com aproximadamente 3 quilogramas de cada argila, as quais foram secas em estufas a uma temperatura de 110°C, com o intuito de preparar as amostras para a realização das caracterizações. Para a realização das caracterizações de DRX, FRX e MEV cada argila seca e moída em moinho de bolas.

Após a cominuição das amostras, essas foram passadas na peneira de malha de nº 200 mesh (75µm) individualmente e em seguida foram separadas 10 gramas de cada argilas para a análise das técnicas mencionadas anteriormente. Já para a análise de plasticidade, após secas em estufas as amostras foram separadas em uma quantidade de 500 gramas para cada argila e passadas separadamente em uma peneira de malha de nº 80 mesh (180 µm).

3.2.2 Caracterizações das matérias-primas

As três argilas utilizadas nesta pesquisa foram caracterizadas individualmente, pelas análises química, mineralógica e análise térmica. Dentre as técnicas químicas a técnica de caracterização de espectroscopia de fluorescência de raio-X (FRX). E para a análise mineralógica foi realizada a técnica de Difração de Raio X (DRX).

3.2.2.1 Espectroscopia de fluorescência de raio-X (FRX)

A composição química das matérias-primas foi identificada através da técnica de fluorescência de raio-X por energia dispersa (FRX). A determinação de cada composição química das amostras deu-se de maneira quantitativa e qualitativa. Essa análise foi realizada no Espectrômetro por Fluorescência de Raio-X de modelo

Epsilon 30 da Panalytical, alocado no Laboratório Interdisciplinar de Materiais- IFPI. As matérias-primas utilizadas foram moídas até a granulometria de 200 mesh (75µm). A análise de fluorescência de raios-X (FRX) é uma técnica analítica utilizada para determinar a composição elementar dos materiais. Essa técnica é amplamente utilizada em diversas áreas, incluindo a geologia, metalurgia, arqueologia, ciência dos materiais, meio ambiente, entre outras.

3.2.2.2 Difração de Raio X (DRX)

A Difração de Raio X (DRX) é uma técnica aplicada para determinar a estrutura atômica e molecular de um cristal cerâmico, na qual os átomos cristalinos fazem com que feixes de raios-X incidentes difratem em muitas direções específicas.

Antes da análise por DR-X, as amostras passaram por secagem a 110°C em estufa, moagem em moinho de bolas e peneiramento na peneira de abertura de malha #200 mesh (75 µm) e então foram separadas uma amostra com 10 gramas de cada argila para a análise no equipamento DR-X modelo XRD-6000 Shimadzu com tubo do tipo vertical e normal, Cu-K α (k-alfa do cobre=1,5418 Å) e de raio de varredura de 185mm, pertencente ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) - IFPI. A avaliação das fases das argilas foi executada por comparação entre os picos gerados no difratograma com cartas padrões cadastrados no ICDD (Internacional Center for Diffraction Data).

O método de DRX é descrito pela relação entre a radiação utilizada com comprimento de onda λ , e o material composto de átomos com distribuição própria cujos planos cristalinos com distância d funcionam como rede de difração (Eq. 1), produzindo máximos de interferências de ordem n para os ângulos θ que satisfaçam a relação de Bragg (FERNANDES, 2005).

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde: λ é o comprimento de onda, d distância entre os planos cristalinos e θ ângulo de Bragg.

Os difratogramas apresentados nos resultados foram realizados no software Origin e sua identificação de fases em outro software conhecido como high score.

As fichas catalográficas dos componentes mineralógicos encontrados foram: para o quartzo (JCPDS 46- 1045), ortoclásio (JCPDS 31-0966) e caulinita (JCPDS 14-164).

3.2.2.3 Ensaio de determinação do teor de resíduo (%R)

Para a realização do ensaio de resíduo foi utilizado 100g de cada argila seca com granulometria abaixo de #200 mesh. Em seguida cada amostra foi colocada na peneira com malha de abertura #325 mesh. Cada amostra foi lavada com água corrente em torneira, com o auxílio de um pincel a argila foi lavada de maneira que a água que passava pelo material argiloso apresentasse um aspecto visual transparente. Após isso, com a ajuda de uma pipeta foi realizado a retirada da massa retida na peneira e colocada em uma cápsula metálica.

Antes de colocar na estufa para secar foi removida o excesso da água com muito cuidado, para não passar material e logo após a amostra foi para secar em estufa por aproximadamente duas horas, esperou-se o resfriamento e em seguida foi pesado a massa da amostra. Isso foi repetido três vezes para cada argila. A massa do resíduo retido na peneira #325 e seco em estufa e os resultados dos ensaios foram diretamente expressa na forma percentual, calculada pela fórmula apresentada na Equação 2.

$$\%R = \frac{Mr}{Mt} \times 100 \quad \text{Eq. (2)}$$

Onde:

- %R: porcentagem de resíduo, em %;
- M_r : massa do resíduo retido na peneira #325 e seco em estufa, em g;
- M_t : massa total da amostra, em gramas.

3.2.2.4 Análise Granulométrica

O ensaio de granulometria é um procedimento utilizado para determinar a distribuição do tamanho das partículas em uma amostra de material. Esse tipo de análise consiste na separação das partículas da amostra de acordo com o seu tamanho, geralmente por meio de peneiramento ou sedimentação. Os resultados deste ensaio é expressa graficamente, geralmente por meio de uma curva de

distribuição cumulativa. A análise de granulometria é fundamental em diversas áreas, incluindo a construção civil e cerâmica vermelha no controle de qualidade dos agregados. Existem normas específicas para a realização da análise granulométrica, como a norma ABNT NBR 2448, a qual estabelece os métodos para a determinação do tamanho de partículas de agregados.

A classificação granulométrica das matérias-primas usadas nesta pesquisa foram determinadas por peneiramento, utilizando um conjunto de sete peneiras como aberturas de malhas em mesh de (#50, #80, #100, #140, #200, #270, #325 e o fundo). A escolha das peneiras foram baseadas na metodologia do livro ensaio cerâmicos SENAC- SP de Netto, (2019), o qual se baseia em norma. O ensaio granulométrico foi realizado de maneira mecânica através do agitador vibracional, pertencente ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) -IFPI. Para cada argila foi separado uma quantidade de massa de 100 gramas, 200 gramas e 300 gramas, para a realização dos ensaios. As amostras foram agitadas por aproximadamente 10 minutos e posteriormente foram pesadas o valor da massa retida em cada peneira e anotado o valor em cada malha correspondente.

3.2.2.5 Ensaio de determinação dos limites de Atterberg

A análise de plasticidade em materiais está relacionada à capacidade de um material sofrer deformação permanente sem ruptura. Essa propriedade é especialmente importante em geotecnia, engenharia civil, indústria cerâmica vermelha e entre outras. Neste projeto de pesquisa, os ensaios dos limites de Atterberg representados pelo limite de plasticidade e limite de liquidez, foram realizados no Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) - IFPI, por meio do aparelho de Casagrande. Esse método é regido pela norma NBR 6459– Determinação do limite de liquidez.

Para a realização do ensaio a amostra foi colocada em cápsula e em seguida foi realizada a sua umidificação com água destilada amassando-a com vigor por 15 a 30 minutos. A partir desta etapa, a amostra de argila foi colocada na concha, ocupando um volume de até 2/3 da altura da concha. Em seguida com o auxílio de um cinzel, foi cortado em pinzel (inclinado) o solo dentro da concha, no sentido vertical, até que se enxergue o fundo da concha, conforme processo mostrado na Figura 7. Em seguida foi iniciada as voltas na manivela (2 por segundo), para efetuar

as batidas até o fechamento da ranhura em 13mm.

Figura 7 – Ensaio de Casagrande



Fonte: O autor, (2023).

Assim que a ranhura se fechou foi retirada da amostra exatamente no lugar que a fenda se fechou uma pequena quantidade de massa da amostra. Em seguida a amostra colhida foi colocada em uma cápsula com numeração e pesada cápsula com o solo (amostra úmida + tara) em gramas. Todas as cápsulas foram colocadas na estufa para secagem a 110°C, e retiradas após ± 24 horas, antes de pesas as amostras as cápsulas usadas foram pesadas também em gramas.

A norma preconiza obter pontos variando entre 35 e 15 golpes para o primeiro ensaio, no segundo ensaio 28 golpes, no terceiro abaixo de 20 golpes, quarto ensaio abaixo de 15 golpes e quinto ensaio também abaixo de 15 golpes. Então, o mesmo processo foi repetido para a segunda série de golpes, onde era previsto uma variação de umidade de aproximadamente 28 golpes. Para alcançar a faixa de golpes recomendado foi acrescentado a cada ensaio 2ml de água destilada em cada argila.

Na preparação para o ensaio de determinação do limite de plasticidade conforme a ABNT NBR 7180/1984. A norma preconiza a utilização das seguintes aparelhagens: cápsula; espátula; balança de pesagem nominal de 200g, com resolução de 0,01g; gabarito cilíndrico com 3mm de diâmetro e 10cm de comprimento; placa de vidro quadrada, de superfície esmerilhada; peneira 0,42 mm;

balança de precisão e estufa.

Após a coleta da amostra de solo, essas foram também passadas na peneira de 0,48mm. O material que ficou retido foi novamente destorroado e passado novamente na peneira (0,48mm). Em seguida o que ficou retido novamente, foi descartado. Após isso, o material da amostra colhido após peneiramento, foi colocado em recipiente de alumínio e adicionado água destilada e com o uso de uma proveta, primeiramente foram utilizadas duas medidas de 10ml, em cada argila para sua umidificação, seguidas de medidas de 5ml e para ajustar a quantidade de golpes recomendado em cada ordem de ensaio, ou seja, do primeiro ao quinto foi acrescentado 2ml, amassando a amostra de solo vigorosa e continuamente, até formar uma pasta homogênea de consistência plástica.

A norma prevê que o tempo de homogeneização da amostra esteja compreendido entre 15 a 30 minutos, sendo que para solos argilosos este intervalo se delonga. Logo após esse procedimento, foi separado 10g de material, e conformado com as mãos uma pequena bola e que foi inicialmente rolada sobre uma placa de vidro com a palma da mão até chegar na forma semelhante ao do cilindro gabarito, até as amostras atingirem um diâmetro de 3mm e 10cm de comprimento, correspondente ao gabarito de comparação, em seguida as amostras foram transferidas imediatamente para a cápsula de alumínio com destino à estufa, para determinação da umidade das amostras. Tomou-se o peso das cápsulas vazias (Tara) e o peso das cápsulas com o cilindro de solo e com umidade todos em gramas. Após algumas horas na estufa, as cápsulas foram retiradas para serem pesadas. Para a análise do ensaio de plasticidade é importante conhecer alguns conceitos para melhor entendimento deste ensaio. Tais conceitos são descritos abaixo.

3.2.2.5.1 *Limite de liquidez (LL) ou limite mínimo de plasticidade (LP)*

É a quantidade mínima de água com a qual o material plástico perde sua plasticidade, tornando-se quebradiço.

3.2.2.5.2 *Limite de liquidez (LL)*

Refere-se a quantidade máxima de água que uma argila admite, mantendo o

estado plástico. Ultrapassado o limite do material plástico, ele se transforma em uma suspensão fluida.

3.2.2.5.3 Índice de plasticidade (IP)

O índice de plasticidade é a diferença entre o limite de liquidez e o limite de plasticidade. Os valores destes limites variam muito em função das características de cada argila.

O gráfico do limite de liquidez, segundo a norma da ABNT NBR 6459, fala que LL é dado pela % de umidade corresponde a 25 golpes. Pra encontrar o teor de umidade correspondente a 25 golpes, conforme definido pela norma, basta traçar uma reta no golpe de nº 25, até que ela cruze a curva do gráfico construído pelos cinco pontos de ensaios realizados, e traças outra reta até encontrar o eixo x (%U). Para obter o índice de plasticidade (IP) de uma dada argila, utiliza-se a seguinte fórmula:

$$\%IP = LL - LP \quad \text{Eq. (3)}$$

Após a determinação do valor do índice de plasticidade deve-se classificar esse valor de acordo com a tabela a seguir. A Tabela 2 apresenta a classificação das argilas através do valor de índice de plasticidade.

Tabela 2 – Classificação *versus* índice de plasticidade

Argila	Índice de Plasticidade (%)
Excessivamente Plástica	19 a 25
Excelente	17 a 18
Boa	15 a 16
Regular	13 a 14

Fonte: Adaptado de SENAI-SP (2002).

Nesse contexto, a classificação das matérias-primas pode ser avaliada segundo a sua plasticidade, de acordo com os dados apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Classificação das massas cerâmicas segundo sua plasticidade.

Classificação	Índices
Fracamente plástica	$1 \leq IP \leq 7$
Medianamente plástica	$7 \leq IP \leq 15$
Altamente plástica	$IP > 15$

Fonte: Adaptado de Gouveia (2008).

3.2.2.6 Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica avançada de microscopia que utiliza feixes de elétrons para a obtenção de imagens detalhadas das superfícies das amostras. O MEV utiliza um feixe de elétrons em vez de luz visível, na qual a amostra é revestida com uma fina camada de metal para torna-la condutora. O feixe de elétrons interage com a superfície da amostra, resultando em emissão de elétrons secundários, então os detectores registram esses elétrons secundários para formar a imagem. O MEV possibilita uma ampliação significativamente maior do que a microscopia óptica, permitindo a visualização de estruturas na escala nanométrica. A resolução é tão alta que possibilita a observação de detalhes finos e de estruturas subcelulares.

As três argilas foram analisadas por MEV, ambas as amostras das matérias-primas se encontravam na granulometria abaixo #200 mesh para serem analisadas por essa técnica. A caracterização morfológica foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um aparelho TESCAN, modelo VEGA4 LMS, em parceria com o departamento de Engenharia de materiais da Universidade Federal da Paraíba.

3.2.3 Preparação das formulações

Para a determinar as formulações das massas cerâmicas foram utilizados a mistura de dois tipos de argilas, a preta e amarela para reproduzir a formulação da fábrica, a qual já é utilizada pela fábrica na produção de tijolos de vedação. Já para as formulações proposta neste trabalho foram utilizados uma mistura de três tipos de

argilas, a preta, a amarela e a vermelha. É importante ressaltar que a argila vermelha já foi utilizada na linha de produção da empresa, porém esta não se encontra mais na produção, devido problemas apresentados no produto final como: fissuras, trincas e quebras. As formulações realizadas estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4 – Formulações das massas cerâmicas realizadas na pesquisa.

FORMULAÇÕES DAS MASSAS CERÂMICAS - (AP/AV/AA)	
Formulação da Fábrica	60% AP - 40% AA
Formulação 1	60% AP - 20% AV - 20% AA
Formulação 2	50% AP - 25% AV - 25% AA
Formulação 3	50% AP - 30% AV - 20% AA
Formulação 4	40% AP - 30% AV - 30% AA

Fonte: O autor, (2023).

A quantidade total em massa da mistura utilizada para cada formulação foi de aproximadamente 10 quilogramas, os quais foram distribuídas na proporção de cada composição. As argilas encontravam-se com uma granulometria abaixo de 50 mesh (0,297mm). As argilas utilizadas nas formulações foram secas apenas naturalmente ao ar livre, por aproximadamente 48 horas. Após a realização das formulações entre as argilas, as massas cerâmicas foram umedecidas, com teor de água da massa total variando de (17 a 22%). Em seguida foram homogeneizadas e colocadas em recipientes plásticos vedados por um período de 24 horas. A Figura 8 apresenta uma das misturas já umidificadas.

Figura 8 – Mistura das argilas umidificadas



Fonte: O autor, (2023).

As amostras usadas para a realização das caracterizações foram inicialmente secas naturalmente, e moídas em moinho marterlo e de bolas. Depois da secagem natural as amostras foram secas em estufa por uma temperatura de 110°C por aproximadamente 24 horas, com o intuito de retirar a água livre. Após a etapa de secagem as argilas foram homogeneizadas e passadas por peneiras, conforme a exigência de cada ensaio.

3.2.4 Preparação dos Corpos de Prova

Os corpos de prova retangulares foram conformados na extrusora do Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) - IFPI, nas dimensões 10 x 2,5 x 1,5 cm segundo a norma da ABNT NBR 10611:Corpo de prova – Forma e tipos de ensaios Padronização. Foram conformados em média 24 corpos de provas para cada formulação. Dentre os 24 corpos de prova foram selecionados 8 corpos de provas para serem queimados nas 3 (três) temperaturas diferentes (850°C, 900°C e 950°C).

Os corpos de prova foram secos em temperatura ambiente por 48 horas, seguido de secagem em estufa da marca MARQ LABOR a uma temperatura inicial de 40 °C, com elevação de 20° C a cada 2 horas até atingir uma temperatura de 110 °C, por um período de 24 horas.

A etapa de tratamento térmico realizado nos corpos de prova foi realizada no forno da marca GRION pertencente ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais (LEM) - IFPI, nas temperaturas de 850° C, 900°C e 950 °C, respectivamente com uma taxa de aquecimento de 2 °C /min e patamar de queima de 2 horas. Após a queima, os corpos de provas, foram resfriados e em seguida pesados e medidos com um paquímetro analógico.

As medidas de comprimento, largura e altura (mm) foram medidos em um paquímetro universal analógico de 150 mm em aço e os pesos dos corpos de provas foram pesados em gramas com o auxílio de balança analítica. Essas medidas e pesos foram necessários para calcular as propriedades tecnológicas de retração linear após a secagem (RLS), retração linear após a queima (RLQ), perda ao fogo (PF), porosidade aparente (PA), absorção de água (AA), massa específica aparente (MEA).

3.2.4.1 Caracterizações realizadas nos corpos de prova

3.2.4.1.1. Retração linear após a secagem (RLS)

A retração linear após a secagem é obtida através das dimensões dos corpos-de-prova, geralmente, o comprimento inicial (Li) após a conformação do corpo de prova e o comprimento de secagem (Ls), após 24 horas na estufa a uma temperatura de 110°C. Para a determinar a retração linear após a secagem do material conformado é necessário o comprimento antes da secagem (Li), e o comprimento depois da secagem (Lf). A determinação da retração linear (RLS) é expressada na Equação (4).

$$RLs (\%) = \frac{Li - Lf}{Li} \times 100 \quad \text{Eq. (4)}$$

Onde:

- Li é o comprimento inicial (em milímetros) do corpo de prova medido após a extrusão do corpo de prova;
- Lf é o comprimento final (em milímetros) do corpo de prova medido após a etapa de secagem.

3.2.4.1.2 Retração linear após a queima (RLQ)

A retração linear após a queima é obtida através das dimensões dos corpos-de-prova, geralmente, o comprimento inicial (Li) após a secagem e o comprimento final (Lf) após a queima. Exemplificando, para determinar a retração linear após a queima do material cerâmico é necessário o comprimento antes da queima (Li), e o comprimento depois da queima (Lf). A determinação da retração linear (RL) utiliza a Equação (5) para expressar o valor em termos percentuais

$$RLq (\%) = \frac{Li - Lf}{Li} \times 100 \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde:

- Li é o comprimento inicial (em milímetros) do corpo de prova medido após a secagem à 110°C;

- L_f é o comprimento final (em milímetros) do corpo de prova medido após a etapa de queima.

3.2.3.1.3 Perda ao fogo (PF)

A determinação da perda ao fogo (P.F) deve ser feita com amostras que apresentam peso constante após a secagem a 110 °C. Os resultados são expressos em porcentagem (%) de perda em relação à massa da amostra seca a 110 °C, essa é calculada através da equação (6).

$$P.F (\%) = \frac{M_s - M_q}{M_q} \times 100 \quad \text{Eq. (6)}$$

Onde:

- M_s é a massa do corpo de prova pesado em gramas após a secagem a 110 °C;
- M_q é a massa do corpo de prova pesado em gramas após a temperatura de queima.

3.2.4.1.4 Porosidade aparente (PA)

O ensaio da porosidade aparente baseia-se na norma da ABNT NBR 6458:1984. O cálculo da porosidade aparente fornece o provável do volume de poros abertos, após a sinterização dos corpos de provas em relação ao seu volume total. Esse ensaio trata-se do quociente do volume de poros abertos do corpo de prova pelo volume aparente do mesmo e da imersão a água na temperatura ambiente. A medida da porosidade aparente é feita através da equação (7).

$$PA (\%) = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \times 100 \quad \text{Eq. (7)}$$

Onde:

- P_u é o peso úmido em gramas do corpo de prova;
- P_s é o peso seco em gramas do corpo de prova);
- P_i é o peso imerso do corpo de prova.

O peso seco dos corpos de prova foi inicialmente determinado para posteriormente serem imersos em água por um período de 24 horas. Depois da retirada da imersão, foi eliminado o excesso de água por meio de um pano limpo e úmido para a determinar o peso úmido e peso imerso, para obtenção dessa propriedade.

3.2.4.1.5 Absorção de água (AA)

O ensaio de absorção de água verifica o percentual de água absorvido pelo bloco cerâmico em um período de 24 horas, obtido a partir da diferença entre a massa seca e a massa úmida da amostra. O ensaio possui um parâmetro de 8% < Absorção de Água < 25%. Esse ensaio é regido pela norma brasileira NBR NM 30 – Agregado miúdo - Determinação da absorção de água. O ensaio de absorção de água é realizado para controlar a eficiência queima pelo grau de sinterização da massa, como também para informar o estabelecimento das curvas de queima.

A absorção de água é dada pelo quociente da massa de água absorvida pelo corpo de prova, saturado de água, pela massa do corpo de prova seco. Isso é calculado em porcentagem através da equação (8).

$$A (\%) = \frac{Mu - Ms}{Mu} \times 100 \quad \text{Eq. (8)}$$

Onde:

- Mu é a massa absorvida pelo corpo de prova;
- Ms é a massa do corpo de prova seco.

3.2.4.1.6 Massa específica aparente (MEA)

A massa específica aparente (MEA) ou densidade aparente de um material sólido é o resultado entre a massa do sólido e o volume aparente dele. O volume aparente do sólido é composto do volume ocupado por ele mesmo mais o volume ocupado pelos espaços vazios entre os grãos, também chamados de poros.

O procedimento para a obtenção da massa específica aparente baseia-se na norma da ABNT NBR 6458:1984- Grãos de Pedregulho Retidos na peneira de Abertura 4,8mm - Determinação da Massa Específica, da Massa Específica

Aparente e da Absorção de Água. O ensaio da massa específica trata-se do resultado da relação entre a massa do corpo de prova seco pelo volume aparente. Isso é medido em gramas por centímetro cúbico (g/cm³) é calculada pela equação (9).

$$MEA(\%) = \frac{Ms}{Mu - Mi} \quad \text{Eq. (9)}$$

Onde:

- Ms é a massa do corpo de prova seco após a queima (em gramas);
- Mu é a massa do corpo de prova úmido após a queima (em gramas);
- Mi é a massa do corpo de prova imerso após a queima.

3.2.4.1.7 Tensão de Ruptura à Flexão de três pontos (TRF)

As resistências mecânicas dos corpos de prova foram avaliadas através do ensaio de ruptura à flexão em três pontos, com base na norma da ABNT NBR 13816:1997 e realizado em uma máquina de ensaio universal do Laboratório de Materiais- (IFPI), da marca EMIC DL 20000. Esta máquina tem a capacidade de carga 20000kgf e é programada para operar com taxa de carregamento de 0,01 a 500 mm/min. A distância entre os apoios, conforme a recomendação da norma, com fixação de 8 cm.

O ensaio de tensão de ruptura à flexão (TRF) é definido como a força por unidade de área para romper um corpo de prova, é expressa em quilograma força por centímetros quadrados (kgf/cm²) ou mega Pascal (MPa). Essa propriedade de tensão de ruptura à flexão (TRF) é calculada por meio da equação 10.

$$TRF \left(\frac{kgf}{cm^2} \right) = \frac{3PL}{2BH^2} \quad \text{Eq. (10)}$$

Onde:

- TRF = tensão de ruptura á flexão;
- P = carga atingida no momento da ruptura (kgf);
- L = distância entre os apoios do corpo de prova;
- B = largura do corpo de prova (cm);
- h = altura do corpo de prova (cm).

3.2.4.1.8 Análise Macroestrutural

Logo após a conformação e tratamento térmico dos corpos de provas, os 84 corpos de provas produzidos foram analisados macroscopicamente, cujo o intuito é observar e detectar possíveis defeitos visuais nas amostras que foram submetidas a temperaturas de 850°C, 900°C e 950°C, por um período de 30 dias.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Análise química por Espectroscopia de fluorescência de raio-X (FRX)

Na Tabela 6 é apresentado as composições químicas das argilas, determinadas pela análise de fluorescência de raios-X. Os resultados mostram que todas as argilas são constituídas, principalmente, por SiO_2 e Al_2O_3 . Estes elementos são associados com estruturas de argilominerais, quartzo e feldspatos. Tradicionalmente se diz que a composição da massa cerâmica é triaxial, ou seja, é formada por argilas, quartzo e feldspato. Os componentes triaxiais, no processo de fabricação da cerâmica tradicional, têm a função de promover e controlar a plasticidade, a fundência e atuar de modo refratário (Sanchez-Muñoz et al., 2002).

Tabela 6 – Fluorescência de raio-X (FRX) das argilas

Componentes químicos	Porcentagem (em massa)		
	Argila (AA)	Argila (AV)	Argila (AP)
SiO_2	57,42	53,58	54,00
Al_2O_3	17,78	25,84	24,80
Fe_2O_3	9,81	10,55	8,86
K_2O	2,17	1,03	1,76
TiO_2	1,71	1,24	1,78
CaO	0,40	0,13	0,30
P_2O_5	0,18	0,13	0,17
MgO	0,37	----	0,33
ZrO_2	0,16	----	----
P. F	10,00	7,5	8,0

Fonte: O autor, (2023).

A maior quantidade de SiO_2 foi encontrada na argila amarela (57,42%), seguida pela argila preta (53,58%) e vermelha (54,00%). O teor de SiO_2 pode provocar baixa resistência mecânica dos corpos cerâmicos à verde e depois que

esses são submetidos a tratamentos térmicos. Contudo pode melhorar na etapa de secagem dos materiais cerâmicos. Já os valores para Al_2O_3 variaram entre 17,78% para argila amarela, 25,84% para a argila vermelha e 24,80% para a argila preta. Conforme Sousa Santos (1989) os percentuais de óxido de alumina são de 6,8% a 38,0% para uso na cerâmica vermelha, diante disso, os resultados obtidos estão de acordo com o recomendado.

As quantidades encontradas para óxido de ferro (Fe_2O_3), nas argilas variaram entre 8,86 à 10,55%. Quando o teor de Ferro (Fe_2O_3) é superior a 7%, indica que a argila apresentará, após a queima, a coloração avermelhada. A intensidade dessa coloração dependerá da quantidade de óxido de ferro presente, sendo a argila vermelha a amostra que apresentou maior valor percentual de óxido de ferro.

Os óxidos em menores quantidades encontradas em cada argila, contribuem na formação da fase líquida em função dos baixos teores apresentados em todas as argilas, eles são: óxidos alcalinos fundentes (K_2O , Na_2O), porém nesta pesquisa não foram encontrados valores para Na_2O em nenhuma das três as argilas. Ainda temos os óxidos alcalinos terrosos (MgO e CaO) os quais atuam também como fundentes durante o tratamento térmico.

Na Tabela 7 são apresentados os resultados da análise de FRX dos resíduos das argilas. Nota-se que os resíduos das três amostras apresentaram SiO_2 e a Al_2O_3 como componentes químicos predominantes, onde o percentual de SiO_2 acima de 84,33%, e o teor de Al_2O_3 em média de 5,64%, indica que os seus resíduos são constituídos majoritariamente por areia (SiO_2), corroborando com os dados do teor de resíduos (Tabela 6). Tanto no FRX das argilas como dos resíduos das mesmas, a argila vermelha apresentou o maior teor de óxido de alumínio (Al_2O_3), confirmando mais uma vez, seu poder refratário.

Tabela 7 – Composição química dos resíduos das argilas

	Componentes Químicos (%)								
	SiO_2	Al_2O_3	FeO_3	K_2O	TiO_2	CaO	P_2O_5	MnO	ZrO_2
AA	92,23%	4,35%	1,38%	1,19%	0,42%	0,21%	0,23%	----	----
AP	88,79%	5,22%	3,75%	1,28%	0,30%	0,33%	0,24%	0,09%	----
AV	84,33%	7,37%	7,27%	0,32%	0,33%	0,18%	0,15%	----	0,05%

Fonte: O autor (2023)

A soma dos os óxidos (K_2O , TiO_2 , CaO , P_2O_5 e outros) presente no resíduo da argila amarela foi de 4,52%. Para a argila preta esse valor foi de 2,24% e para a argila vermelha foi de 1,03%. Portanto, a argila amarela apresentou o maior percentual de óxidos fundentes em relação as outras duas argilas, significando que essa argila apresenta maior característica fundentes em relação as demais argilas.

4.2 Ensaio Teor Residual

Na Tabela 5 é apresentado os resultados referentes ao teor residual das três argilas estudadas. É possível observar que a argila amarela foi a que apresentou maior quantidade de percentual de resíduo e a argila preta menor percentual. A presença da fração residual é comumente interligada com a presença de material não plástico principalmente de caráter arenoso, o qual é confirmado através da análise de FRX dos resíduos presentes na Tabela 7.

Tabela 5 – Valores de teor de resíduos das argilas.

Resíduo (%)			
	Argila Preta (AP)	Argila Vermelha (AV)	Argila Amarela (AA)
1	5,05	11,61	19,88
2	5,18	11,82	17,74
3	5,03	12,06	19,80
Média	5,09	11,83	19,14
Desvio padrão	0,07	0,18	0,99

Fonte: O autor (2024).

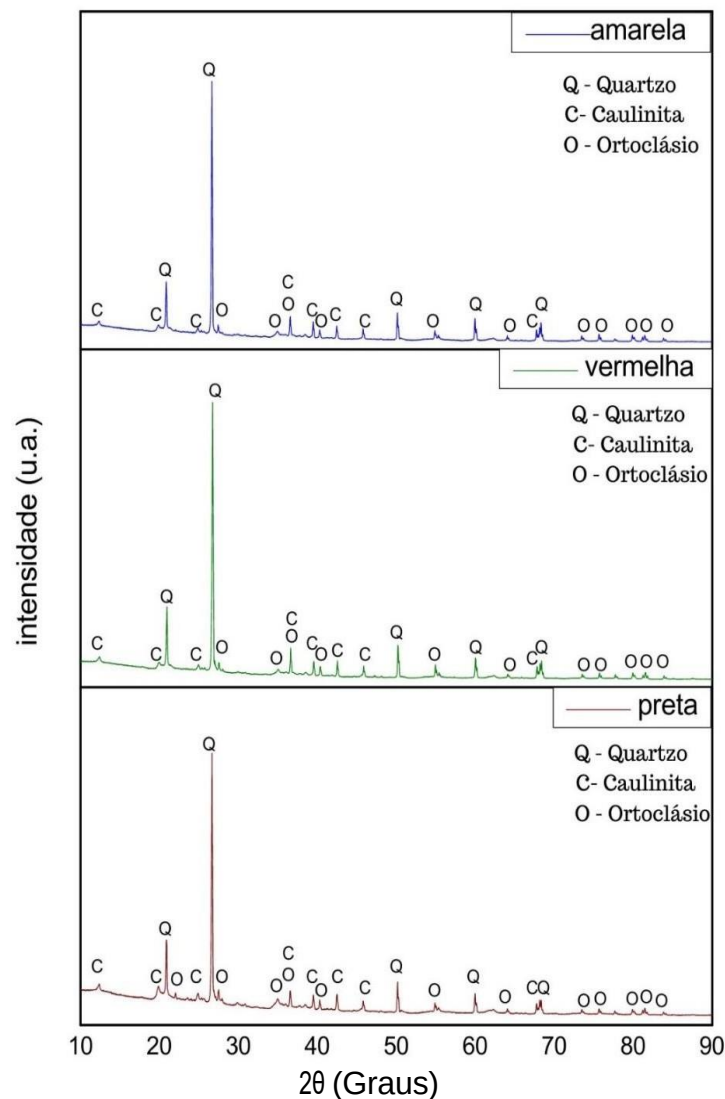
A areia é geralmente constituída com predominância de quartzo, é utilizada em quantidades de até 10-15% em peso para ajustar a plasticidade da massa cerâmica. O efeito da utilização de areia em cerâmica vermelha é bem conhecido na literatura. A areia apresenta como desvantagens um aumento de desgaste dos equipamentos de preparação de massa e de extrusão e redução da resistência mecânica das peças. Nas peças verdes e secas, esta redução da resistência mecânica está associada a pouca aderência das partículas de areia com os minerais argilosos. Por outro lado, a areia possibilita um ajuste da plasticidade da massa, devido ao seu caráter de material não-plástico, facilita a etapa de secagem e pode

até reduzir a absorção de água da cerâmica queimada devido ao aumento do empacotamento das partículas e ainda à redução da perda de massa durante a queima (PRACIDELLI, 1997).

4.3 Análise de difratometria de raio-X (DRX)

Os padrões de difração das argilas são apresentados na Figura 9 e se correlacionam positivamente com os resultados observados no FRX. As argilas apresentaram padrões semelhantes e as mesmas fases cristalinas, sendo estas: quartzo (SiO_2), caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})$), ortoclásio (KAlSi_3O_8).

Figura 9 – Difratogramas das argilas.



Fonte: O autor (2024).

A semelhança mineralógica das matérias-primas se dá possivelmente devido as jazidas das três argilas se localizarem uma próxima da outra. Os picos predominantes são referentes principalmente ao quartzo. Esse constituinte presente na argila, é atuante como matéria-prima não plástica e inerte durante a sinterização.

O argilomineral caulinita foi identificado em todas as argilas analisadas. De acordo com Haluk Celik (2010) esse argilomineral conferem a plasticidade necessária para garantir o processo de conformação. Conforme Prado (2011) os principais tipos de argilominerais utilizados nas massas cerâmicas são a caulinita, illita e clorita, sendo que para a produção do tijolo são usadas basicamente a caulinita.

Os picos intensos de quartzo apresentados na análise de DRX, corroboram com alto percentual de óxido de silício apresentado nas análises FRX, esse componente mineralógico desempenha uma função muito importante, pois é um regulador de plasticidade da massa contribuindo para a conformação do bloco, facilita a etapa de secagem e a saída de gases durante a queima, além de garantir a estabilidade das peças, ajuda a viscosidade da fase líquida formada durante a queima e o coeficiente de expansão térmica (CROZETTA *et al.*, 2016).

A caulinita pode apresentar diferentes graus de desordem em sua estrutura. A caulinita bem ordenada apresenta picos bem definidos e individualizadas no difratograma, já a caulinita desordenada, com defeitos estruturais, apresenta picos de difração menos definidos, mais largos e de menor intensidade (CASES *et al.*, 1982).

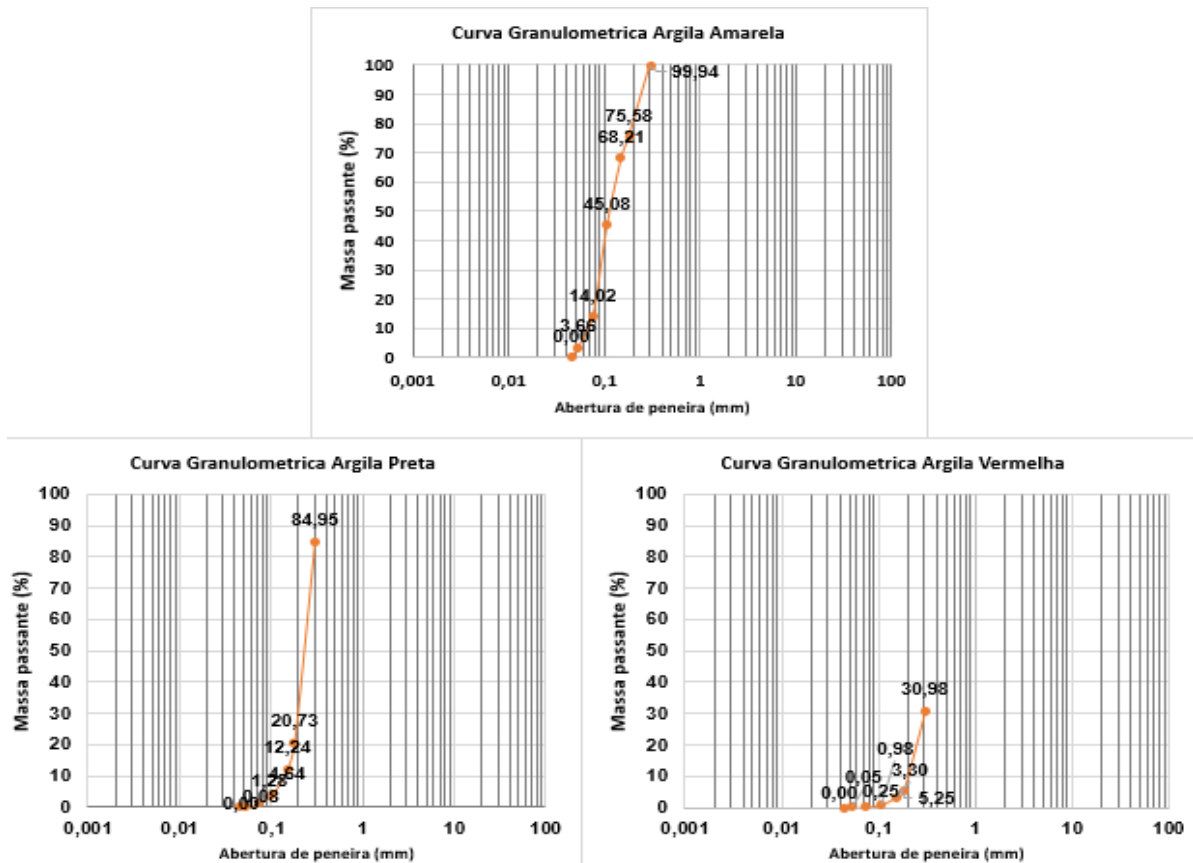
Os picos referentes ao ortoclásio, silicato de potássio e alumínio, os quais são derivados feldspato potássico encontrados nas três argilas. O ortoclásio é um mineral que atua como fundente muito energético derivado do potássio. Segundo Deer *et al.* (1966), o ortoclásio possui estruturas correspondem às temperaturas mais baixas de cristalização, ou seja, quando fundido contribui para a formação da fase líquida, diminuindo a porosidade dos corpos cerâmicos. Esse mineral de maneira geral é formado quimicamente por 16,92% de K_2O , 18,32% de Al_2O_3 e 64,76% de SiO_2 e dureza ente 6 e 6,5 na escala de mohs e usados frequentemente na indústria de cerâmica, abrasivos, britas e uso geológico.

4.4 Ensaio de Distribuição Granulométrica por peneiramento

Na Figura 10 são apresentados os gráficos dos resultados do ensaio de distribuição granulométrica por peneiramento da fração fina. Pode-se observar que as curvas granulométricas das três argilas apresentaram a configuração das curvas parecidas, porém apresentam diferentes tamanhos de grãos.

No gráfico da argila amarela pode-se observar que a argila amarela apresentou maior percentual de massa passante (99,94%) se deu entre as aberturas de 0,3mm (50 mesh) a 0,18mm (80 mesh). É importante ressaltar que nem sempre a predominância do tamanho das partículas determinam a classificação de um solo. Ainda, observa-se que na abertura correspondente a 0,053 mm (270 mesh), encontra-se abaixo do limite para classificação da fração arenosa, o percentual de massa retida nessa malha (270 mesh) foi de 10,36%. De acordo a ABNT NBR 6502 (2022) a classificação do tamanhos de grãos para a fração arenosa compreende a faixa entre 2mm a 0,06mm.

Figura 10– Gráficos das curvas granulométricas das argilas.



Fonte: O autor (2024)

Através do gráfico da curva granulométrica da argila preta, pode-se observar, que a faixa de abertura em milímetro que apresentou maior percentual de massa passante (84,95%) foi entre 0,3mm a 0,18mm, bem como também foi observado na argila amarela. Já para a massa o percentual de massa retida na malha de 270 mesh foi menos de 1,2% da massa total.

Na curva da curva de distribuição granulométrica da argila vermelha, pode-se observar que a faixa de abertura entre 0,3mm a 0,18mm, apresentou maior percentual de massa passante o correspondente a 30,98%. E o percentual de massa retida na malha de 0,053mm foi de 0,19% da massa total. Dentre as três argilas a que apresentou maior percentual de massa retida na malha de 270 mesh (0,053mm) foi a argila amarela com um valor em massa de 31,08g o correspondente a (10,36%) de percentual de massa retida. Esse resultado confirma com o resultado do ensaio residual, visto que a argila amarela foi a que apresentou o maior percentual de resíduo de caráter predominantemente arenoso, com uma média igual a 19,14% de acordo com a Tabela 6.

A argila vermelha foi a que apresentou um comportamento diferente na curva granulométrica em relação as outras duas. Isso pode ser observado tanto no gráfico como na Tabela 8, onde é mostrado detalhadamente os valores da distribuição granulométrica desta argila. O percentual de massa passante entre uma peneira e outra foi baixo, entre os valores de 5,25% a 0,05%. Isso pode significar que essa argila possa apresenta quantidades menores para partículas “finas” e em contra partida maior presença de partículas mais ‘grosseira” e tamanhos de grãos aproximados.

Tabela 8 – Distribuição granulométrica da argila vermelha

Abertura da peneira (mm)	Massa retida (gramas)	% retida em cada peneira	% retido acumulado	% Massa passante
0,3	207,05	69,02	69,02	30,98
0,18	77,21	25,74	94,75	5,25
0,15	5,83	1,94	96,7	3,3
0,106	6,96	2,32	99,02	0,98
0,075	2,21	0,74	99,75	0,25
0,053	0,58	0,19	99,95	0,05
0,045	0,16	0,05	100	0
Fundo	300	100		

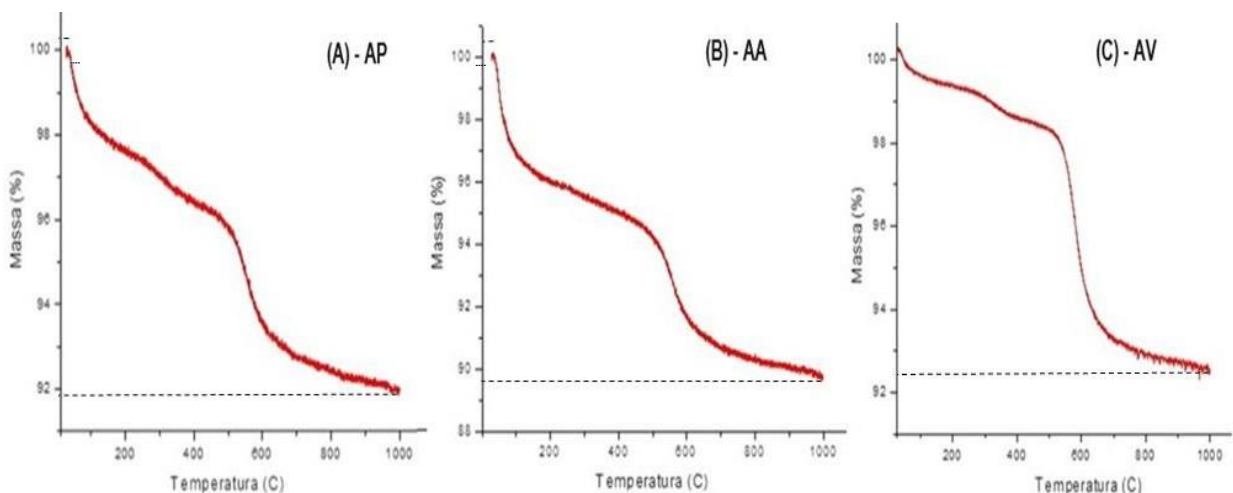
Fonte: O autor (2024)

Tanto a argila preta como a argila vermelha apresentaram valor baixo na malha de abertura de 0,053mm, confirmando a baixa presença de fração arenosa o que corrobora com os resultados obtidos na análise residual, pois ambas apresentaram os menores valores de teor de resíduos. Esses valores foram uma média de 5,09% para a argila preta e 11,83% para a argila vermelha.

4.5 Análises Térmicas Termogravimetria (TG)

A Figura 11 apresenta os resultados encontrados para a análise térmica de termogravimetria (TG). É observado que as três argilas apresentaram perda de massa. A argila preta entornou de 100% para próximo de 92%, resultando em uma perda de massa de aproximadamente 8%. A argila amarela teve perda de massa entre os intervalos de 100% para 90%, resultando uma perda de massa de aproximadamente 10%. E a argila vermelha com perda de massa variando entre 100% e 92,5%, o que representa uma perda de massa de aproximadamente 7,5%.

Figura 11 – Termogramas das argilas.



Fonte: O autor (2024)

De maneira geral, a argila amarela foi a que apresentou maior perda de massa com cerca de aproximadamente 10%, seguida da argila a preta com 8% e a vermelha com 7,5%. Ainda podemos perceber que nas três curvas entre as temperaturas de ocorreu uma perda de massa brusca nas três amostras, aproximadamente de 3,5% para a argila preta, 1,5% para a argila vermelha e 4,5% para a argila amarela. Essas perdas de massa podem estar relacionadas devido

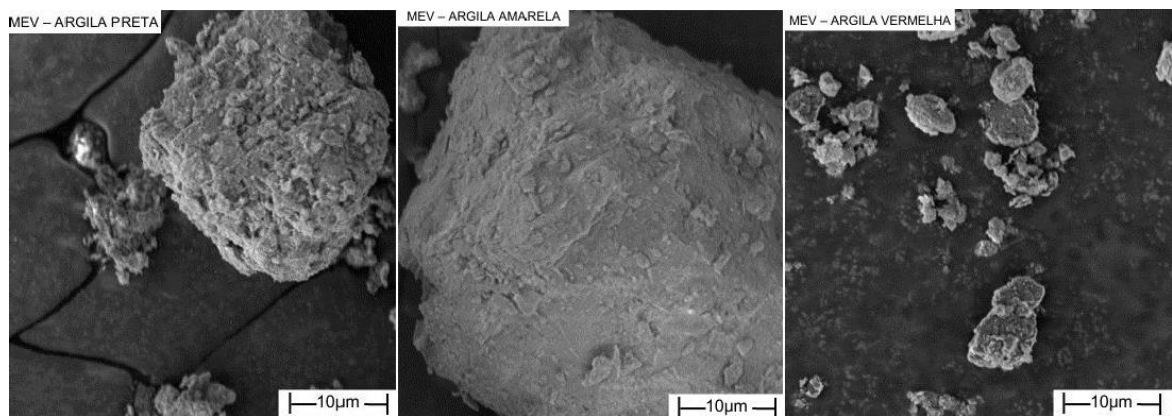
ainda a queima de matéria orgânica e a dissociação de água de constituição dos argilominerais.

A desidroxilação da caulinita é caracterizada entre 450 e 650 °C. Isso quer dizer que a perda de massa nessa faixa de temperaturas é atribuída à formação de metacaulinita, cuja formação ocorre com a eliminação de duas moléculas de água por desidroxilação dos grupos OH ligados às folhas octaédricas do Al dos argilominerais presentes nas argilas.

4.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise de microscopia eletrônica de varredura das 3 argilas é apresentada na Figura 12. As argilas preta e amarela apresentam tamanho de grãos semelhantes, sendo ambas maiores que o tamanho dos grãos da argila vermelha. Ainda podemos observar que as argilas preta e amarela apresentam graus de esfericidade e arredondamento variados dos grãos.

Figura 12 – Micrografias das argilas preta, amarela e vermelha



Fonte: O autor (2024)

De acordo com Ferreira (2010) aglomerados de bordas irregulares e formas arredondadas, resultante da aglomeração de partículas que também apresentam formato laminar, são característicos dos cristais de caulinita.

Portanto, pode-se observar que as três argilas apresentaram variações significativas em suas morfologias, principalmente no tamanho e textura dos grãos, isso comprova que as argilas pertencem a jazidas diferentes.

4.7 Limites de Atterberg das amostras

Os resultados para os limites de Atterberg de todas as argilas são apresentados na Tabela 9. As argilas apresentaram valores de índice de plasticidade entre 7,64% a 11,03%. Segundo a literatura, os valores recomendados para cerâmica vermelha variam entre 30 a 60% para limite de liquidez, de 15 a 30% para o limite de plasticidade e 10 a 30% para o índice de plasticidade (MACEDO, 1997).

Tabela 9 - Limites de Atterberg das amostras.

Amostras	Limite de Liquidez (%)	Limite de Plasticidade (%)	Índice de Plasticidade (%)
AA	19,90	12,84	7,06
AV	27,52	19,19	8,33
AP	29,96	18,93	11,03

Fonte: O autor (2024)

Diante dos resultados obtidos, pode-se dizer que das três argilas estudadas, apenas a argila preta apresentou valor dentro do intervalo recomendado, que é conforme Santos (1989), os percentuais para o índice de plasticidade, encontram-se entre 10 a 35% para a utilização da argila na fabricação de tijolos cerâmicos.

De acordo com a Tabela 10, as três argilas apresentam valores de índice de plasticidade diferentes, contudo a argila preta e vermelha apresentou a mesma classificação, enquanto a amarela apresentou classificação diferente das demais. Essa mesma classificação ocorre possivelmente porque as amostras apresentam análise mineralógica parecidas, além de que, as jazidas das argilas encontram-se próximas em torno de um raio de 10 quilômetros.

A presença do argilomineral caulinita nas argilas possivelmente contribuiu com a propriedade de plasticidade. Porém, não foi possível determinar o valor da fração argilosa no ensaio de granulometria, pois o ensaio de determinação granulométrica realizado nesta pesquisa foi por peneiramento e não por sedimentação. Mas, de acordo com os valores obtidos para os índices de plasticidade, conclui-se que a argila preta é a mais argilosa, em relação as demais. A correlação em relação à plasticidade; quanto menor a cristalinidade, maior será

plasticidade, (Chávez e Johns, 1995).

Tabela 10 – Resultados do ensaio índice de plasticidade

Argilas	Índice de Plasticidade	Classificação
Argila amarela	7,64%	Fracamente Plástica
Argila vermelha	8,33%	Medianamente Plástica
Argila preta	11,03%	Medianamente Plástica

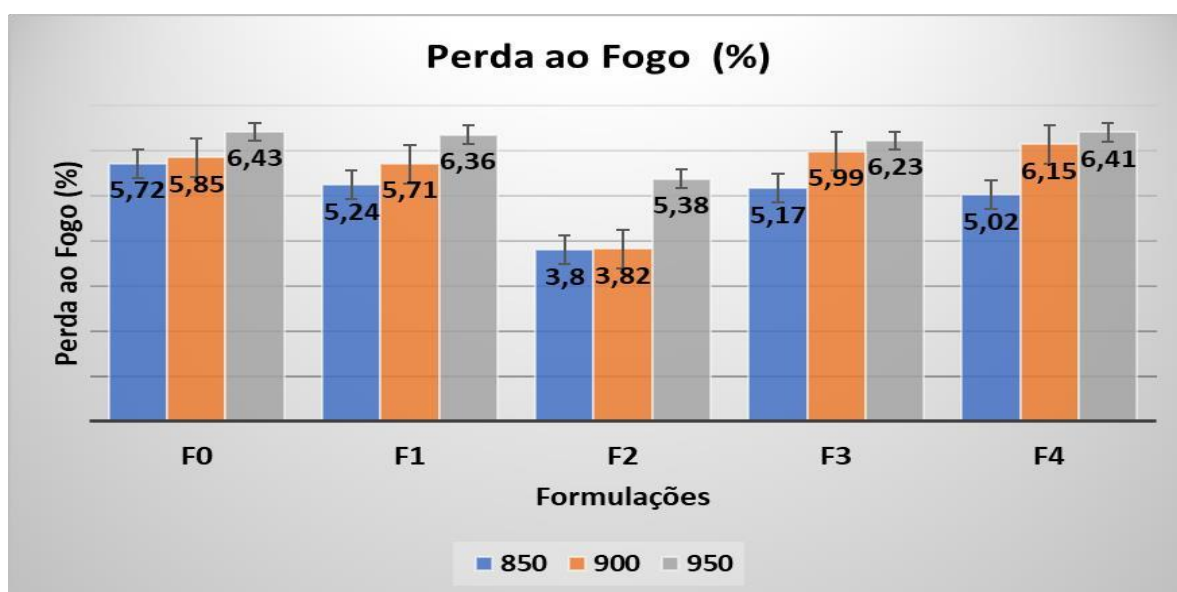
Fonte: O autor (2023).

4.8 Ensaio Tecnológicos

4.8.1 Perda ao fogo (PF)

A Figura 13 apresenta o comportamento de perda ao fogo das amostras estudadas. A partir da análise do gráfico é possível observar que os valores de perda ao fogo compreendem-se entre 3,8% a 6,41%. Ainda se observou que a perda ao fogo aumentou com o aumento das temperaturas utilizadas, em todas as formulações.

Figura 13 – Resultado da propriedade tecnológica perda ao fogo.



Fonte: O autor (2024)

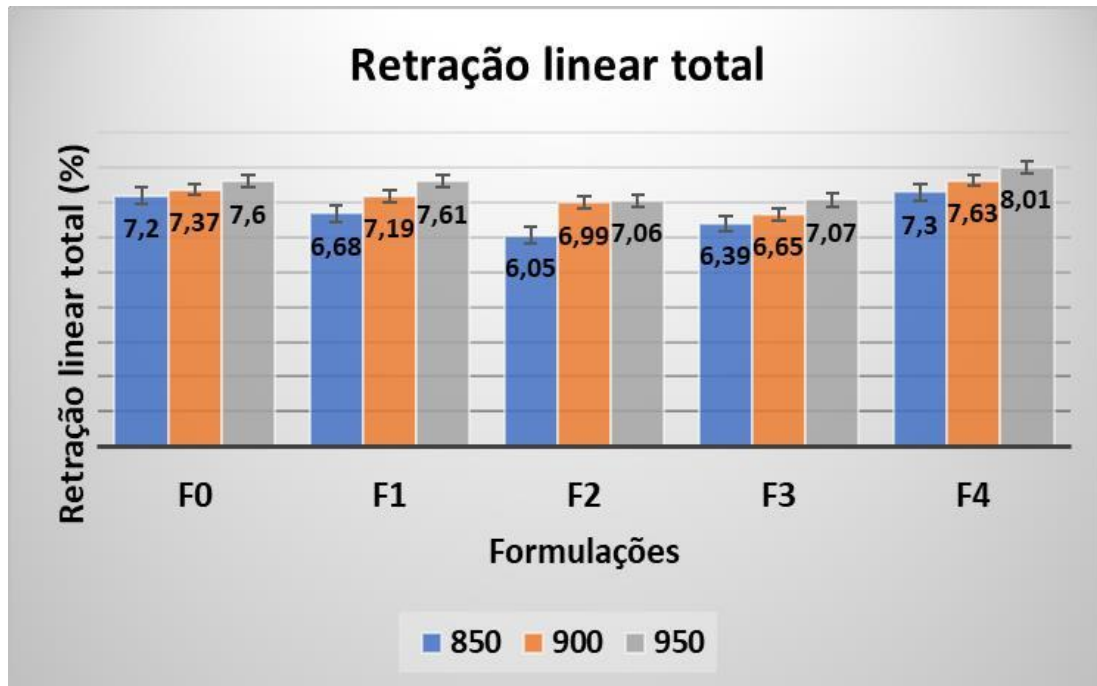
A perda ao fogo apresentada pelas argilas se situou próximo ao limite máximo do intervalo de 6,0% a 15,7% específico para argila caulinítica. Esta perda ao fogo relativamente alta apresentada pelas argilas está associada à desidroxilação dos argilominerais (caulinita) e à oxidação de matéria orgânica e pode ocasionar elevada porosidade nas peças cerâmicas após o tratamento térmico (SOUZA, 1975). Durante a perda ao fogo, ocorrem reações químicas complexas entre os materiais constituintes da cerâmica. Isso pode levar à formação de novos compostos que contribuem para as propriedades finais da peça, como resistência à corrosão, durabilidade e estabilidade térmica (DIAS, 2011).

Nos resultados pode-se observar que na temperatura de 950 °C, todas as formulações apresentaram valor dentro da faixa recomendada para Souza (1975). E segundo Fernandes et al., (1998) o valor para perda ao fogo após o tratamento térmico em forno túnel para as argilas usada na cerâmica vermelha gira em torno de 4,3%. Portanto, os valores encontrados neste trabalho estão aptos para aplicação em cerâmica vermelha, pois os valores encontraram próximos de 4,3%. O maior o percentual da PF implica na maior redução de água, matéria orgânica e decomposição de materiais voláteis. A remoção da umidade residual da cerâmica, evita deformações e rachaduras durante a secagem posterior e garante que a peça mantenha suas dimensões e forma desejadas.

4.8.2 Retração linear (RL)

A retração linear ou como também é conhecida contração linear refere-se a soma das retrações lineares sofrida pelos corpos de provas, após as etapas de secagem e tratamento térmico consecutivamente. Na Figura 14 observado os resultados da retração linear após a etapa de secagem.

Figura 14 – Resultado da propriedade tecnológica retração linear total.



Fonte: O autor (2024)

Pode-se observar através dos resultados da soma da retração linear após a secagem (RLS) e após o tratamento térmico, apresentou os valores entre 6,05% a 8,10%. O processo de secagem e de tratamento térmico trata-se das etapas mais importantes do processamento cerâmico, pois é nesta etapa que o material adquire as propriedades necessárias para sua utilização, isso porque, ocorre a transferência de energia térmica necessária para promover uma série de reações químicas e físicas.

Os valores de retração linear de secagem recomendado para cerâmica vermelha não podem ultrapassar o patamar de 7,96% (HOLANDA, 2002). E segundo Souza Santos (1989), os resultados alcançados estão dentro de uma faixa apropriada para produção industrial de cerâmica vermelha, cujo limite máximo para a retração é de 12%. Diante disso, podemos dizer que os resultados encontrados nesta pesquisa estão de acordo com o recomendado para a produção de blocos cerâmicos. Ainda observa-se que as formulações surgidas e composta por três argilas, apresentaram valor próximo ao valor de retração liner de secagem da formulação padrão.

O aumento da temperatura provoca mudanças físicas e redução do volume

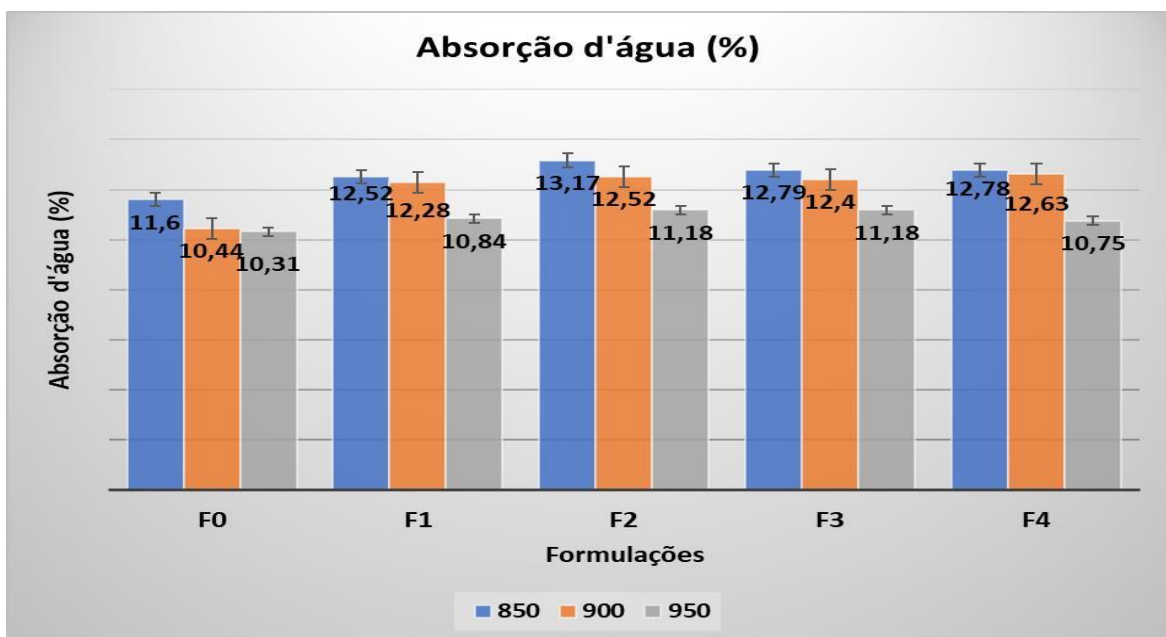
dos corpos de prova pela perda de água (fase líquida) com o aumento das temperaturas de queimas. Isso porque, no processo de sinterização ocorre o agrupamento de moléculas que compõem a cerâmica à medida que a temperatura aumenta, fazendo com que as imperfeições e poros diminuam, aumentando assim a densidade do material e diminuindo suas dimensões (JUNG et al., 2012).

As amostras apresentaram valores próximos mesmo com a mudança em relação a temperatura e a variação das proporções do percentual de cada argila presente nas formulações. Observar-se que os resultados apresentaram valores de retração menor, igual e maior que a formulação padrão. Para esse ensaio não há especificação específica, apenas para contração total do corpo cerâmico.

4.8.3 Absorção de água (AA)

Na Figura 15 pode-se observar o comportamento de absorção de água para as amostras estudadas. A partir dos resultados, percebe-se que a absorção de água (AA) apresentou valores entre 10,31% e 13,17%. De acordo com a norma ABNT NBR 15270-1, os valores indicados para AA em blocos cerâmicos é o intervalo entre de 8 a 22%. Pode-se observar que os resultados apresentaram valores de absorção d'água dentro do intervalo indicado na norma.

Figura 15 – Resultado da propriedade tecnológica retração linear de queima.



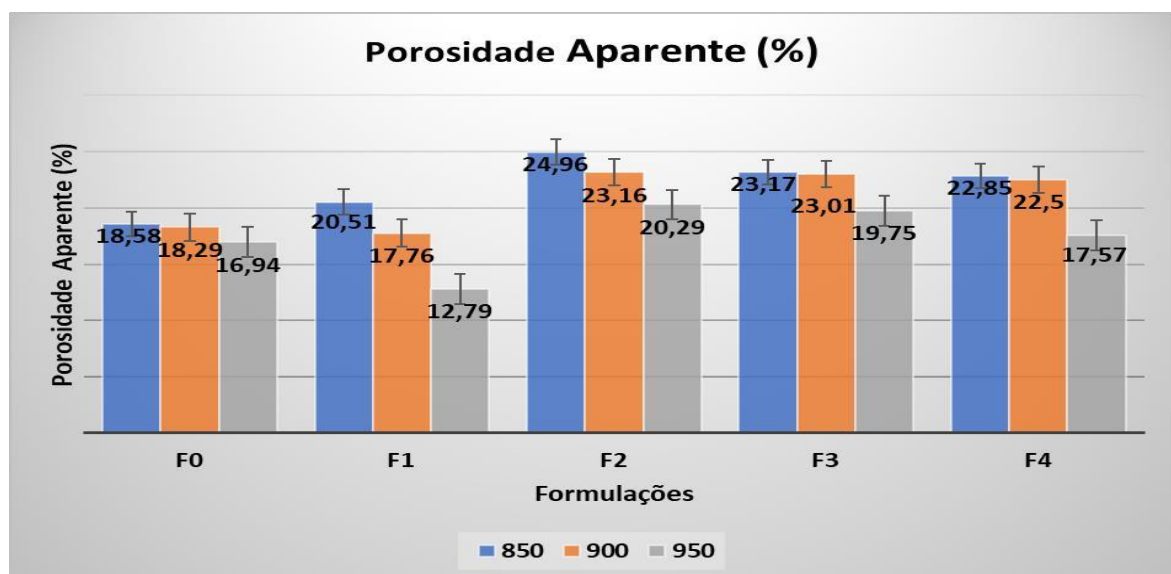
Fonte: O autor (2024)

Relacionando absorção de água e temperatura observamos que as todas as formulações, apresentaram um comportamento proporcionalmente inverso ao aumento da temperatura, ou seja, quanto maior a temperatura menor o valor de absorção d'água. A temperatura usada no tratamento térmico é entorno de 870 °C a 900 °C , com base nisto, pode-se dizer que todas as formulações propostas obtiveram valores aceitáveis para a utilização na cerâmica vermelha, bem como foi verificado que a formulação padrão está também dentro do valor recomendado.

4.8.4 Porosidade aparente (PA)

Na Figura 16 são apresentados os dados referentes a porosidade aparente das amostras para as diferentes composições estudadas. Os resultados encontrados para a propriedade tecnológica de porosidade foram entre os intervalos de 12,79% a 24,93%.

Figura 16 – Resultado da propriedade tecnológica porosidade aparente.



Fonte: O autor (2024)

De acordo com (SANTOS, 1989) os valores recomendados para telhas são de 18% e para blocos cerâmicos é de 20%. De modo geral, pode-se observar que para todas as composições estudadas houve redução na porosidade aparente à medida que a temperatura foi elevada em todas as formulações apresentadas. Esse comportamento é esperado e é explicado porque, o volume dos poros abertos

diminuírem significativamente devido ao crescimento de pescoço inter-partícula. Esse é o principal responsável pela eliminação de grande quantidade de porosidade aberta no interior da peça de cerâmica vermelha (PINHEIRO, 2010).

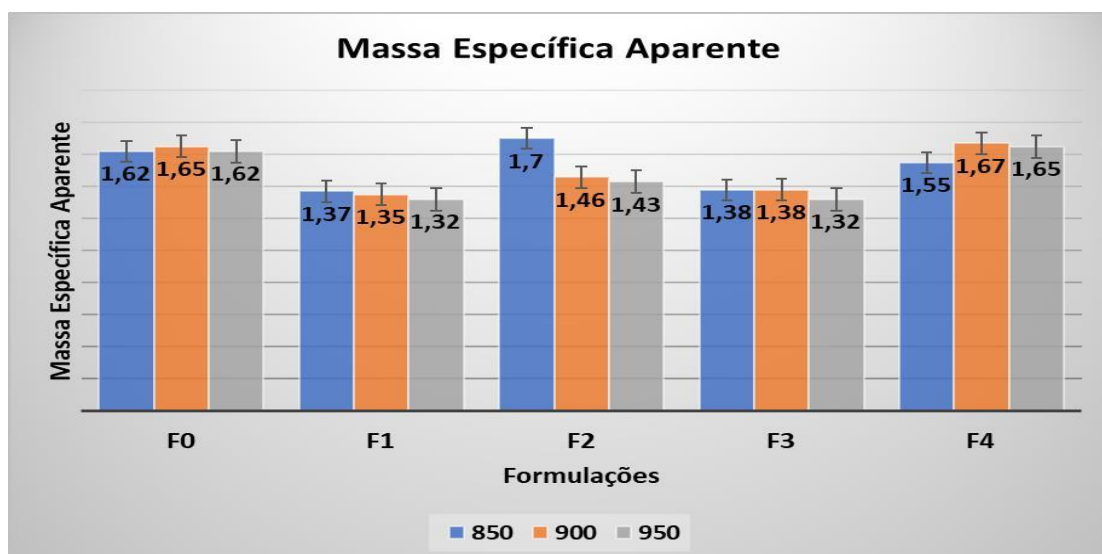
Pode-se observar que para as temperaturas a partir de 950°C, os valores de porosidade aparentem estão dentro da faixa recomendada por Santos, (1989). Ainda pode-se observar que a formulação F1 apresentou um valor melhor do que a formulação padrão, na temperatura de 950°C e valores aproximados nas temperaturas de 850°C e 900°C. Para a produção de blocos cerâmicos o percentual de porosidade não é geralmente requerido valores baixos, como em produtos como telhas e placas cerâmicas, contudo não é recomendado valores muito altos, pois esses podem interferir na diminuição da resistência mecânica, isso porque, os poros se comportam como concentradores de tensões.

As formulações que apresentaram melhores resultados semelhantes a formulação padrão foram a F2 e F4, as demais formulações apresentaram valores mais altos do que a formulação de fábrica.

4.8.5 Massa específica aparente (MEA)

Na Figura 17 é apresentado os resultados relativos à massa específica aparente das amostras estudadas. Pode-se observar que os valores obtidos nos resultados variaram entre 1,32% a 1,93%.

Figura 17 – Resultado da propriedade tecnológica massa específica aparente.



Fonte: O autor (2024)

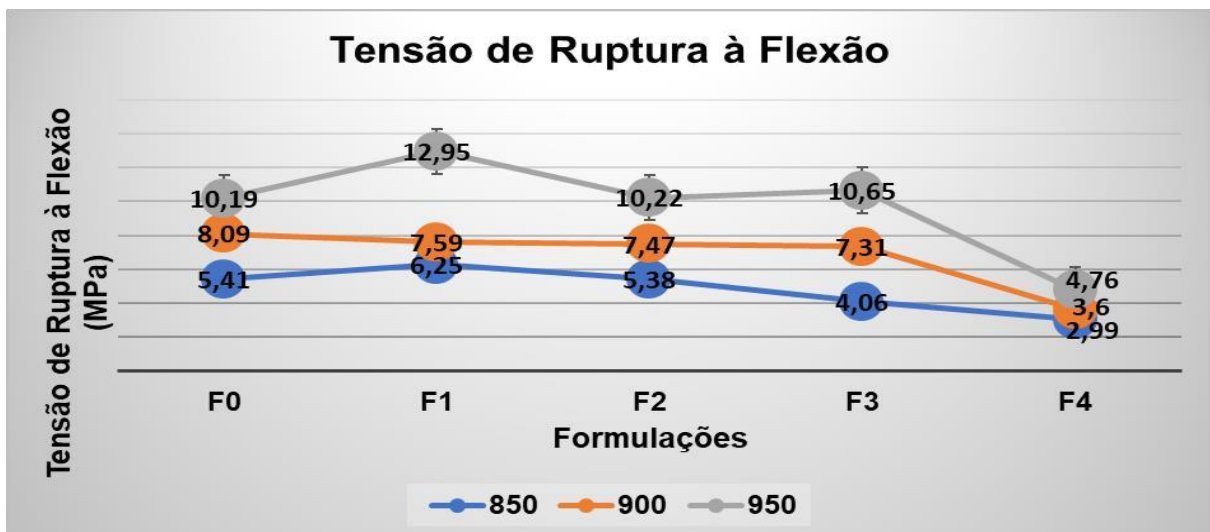
Pode-se observar que ocorreu um aumento de densificação em relação ao aumento da temperatura em todas as formulações desenvolvidas. A massa específica aparente e o efeito da temperatura de queima promovem aumento da densificação com concomitante redução da área superficial específica. Isto é importante porque, a redução de área superficial atuar como a força motora principal durante o processo de sinterização. Esse comportamento implica no aumento da resistência mecânica em cerâmica vermelha no interior da peça cerâmica (PINHEIRO, 2010).

Contudo todas as formulações incluindo a formulação padrão estão dentro do valor recomendado por Santos (1989), que devem estar entre 1,3 e 2,1 g/cm³ para sua utilização em cerâmica vermelha. A formulação F1 novamente apresentou valor melhor do que a formulação padrão, apesar de que, todas as formulações apresentem valores adequados para aplicação na cerâmica vermelha.

4.8.6 Tensão de ruptura à flexão (TRF)

Os resultados de tensão de ruptura à flexão a três pontos são apresentados na Figura 18. Observa-se que os valores obtidos neste ensaio compreenderam entre os valores de 2,99 MPa a 12,95 MPa

Figura 18 – Resultado da tensão de ruptura à flexão a três pontos.



Fonte: O autor (2024)

Pode-se observar que à medida que a temperatura de queima se elevou a resistência mecânica também aumentou como esperado. Esse comportamento pode

ser atribuído com a maior sinterização da matéria devido ao aumento da temperatura, o que causa uma maior densificação e coesão das partículas, e as propriedades mecânicas apresentam uma melhora significativa.

O aumento da temperatura diminui os poros abertos, devido ao crescimento de pescoço Inter partícula, isso ocasiona a diminuição da porosidade no interior da peça cerâmica. Quando a fase líquida resfria ocorre a formação de filamentos finos de vidro que preenchem parcialmente os poros abertos na estrutura da peça cerâmica.

O valor estipulado por Santos (1989) para a resistência após a queima é de 5,5 MPa para a utilização da massa na produção de blocos cerâmicos e os valores recomendados pela norma NBR 15270 (2017) é entre 1,5 MPa e 3,0 MPa. Em as formulações a partir da temperatura de 850°C até 950°C, apresentaram valores acima de 1,5 Mpa, tornando-os aptos para a utilização na cerâmica vermelha. A formulação F1, também apresentou o maior valor de resistência mecânica em relação a formulação padrão.

4.8.7 Análise macroestrutural dos corpos de provas queimados

A Figura 19 apresenta os resultados obtidos na através da análise macroestrutural dos corpos de provas queimados nas temperaturas de 850, 900 e 950 °C para a formulação padrão (F0).

Figura 19 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F0



Fonte: O autor (2024)

Observar-se que os corpos de provas apresentaram coloração característica de material cerâmico e coloração alaranjado para as três temperaturas estudadas. A Figura 20 apresenta a análise macroestrutural da formulação F1.

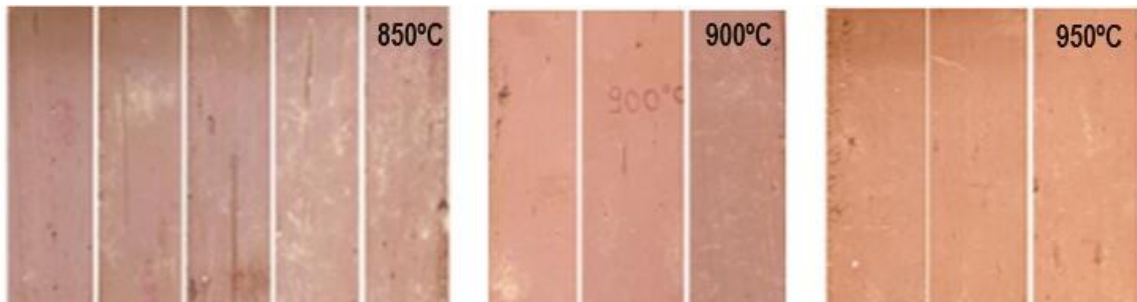
Figura 20 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F1



Fonte: O autor (2024)

Pode-se observar que os corpos de provas da formulação F1 apresentaram coloração de queima para as diferentes temperaturas, contudo a coloração na temperatura 950°C apresentou coloração mais característica de um material cerâmico. Na Figura 21 é apresentado o resultado da análise macroestrutural para formulação F2.

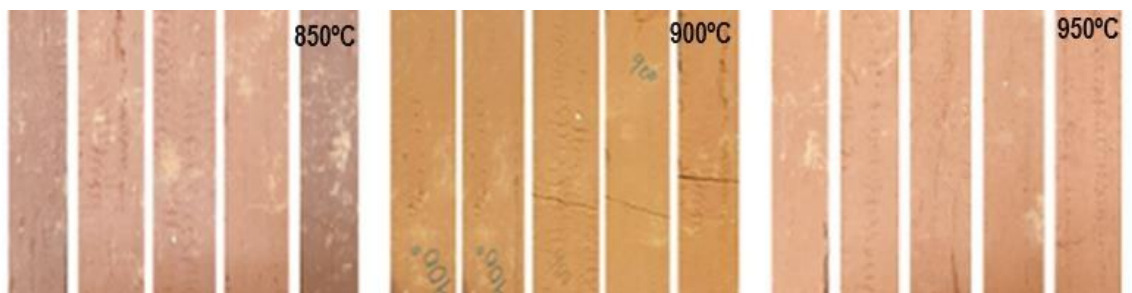
Figura 21 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F2



Fonte: O autor (2024)

Os corpos de prova com temperatura mais alta (950° C) e apresentaram coloração mais alaranjado, enquanto os de menor temperatura cor mais avermelhada. Os resultados obtidos para a formulação F3 é mostrado na Figura 22.

Figura 22 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F3



Fonte: O autor (2024)

Pode-se observar diferente coloração para cada temperatura de queima, a coloração dos corpos de provas na temperatura de 850°C apresentou uma coloração avermelhada, enquanto para a temperatura de 900°C marrom e 950° coloração alaranjada. A Figura 23 apresenta os resultados para a formulação F4.

Figura 23 – Resultado da análise macroestrutural para formulação F4



Fonte: O autor (2024)

Observa-se que todas as formulações possuem coloração avermelhada, essa característica se justifica pela presença de óxido de ferro nas matérias-primas, evidenciadas no FRX, que caracterizam produtos classificados como provenientes da indústria de cerâmica vermelha. De maneira geral, os corpos de provas se mostraram basicamente homogêneos em relação à coloração e textura, sem deformações significativas ou defeitos físicos.

5 CONCLUSÕES

- As três argilas estudadas apresentaram os mesmos componentes químicos e fases mineralógica, contudo em percentuais diferentes;
- As argilas apresentaram suas curvas granulométricas parecidas e com tamanhos de grãos diferentes, porém as argilas amarela e preta apresentaram tamanho de grãos semelhantes observados no MEV;
- Todas as massas cerâmicas desenvolvidas apresentaram compatíveis com a utilização na indústria cerâmica;
- A análise macroestrutural dos materiais cerâmicos apresentaram coloração de queima avermelhada e estabilidade de forma;
- Todos os corpos de provas apresentaram valores de TRF acima do recomendado para a produção de tijolos cerâmicos de vedação;
- As três argilas apresentaram percentuais de índice de plasticidade diferentes, contudo as argilas preta e vermelha apresentaram-se medianamente plásticas e a amarela fracamente plástica;
- Todas as formulações apresentaram valores adequados para a propriedade de perda ao fogo, retração linear de secagem e de queima, massa específica aparente, tensão de ruptura à flexão e absorção de água para a utilização na cerâmica vermelha;
- As formulações que apresentaram propriedades iguais ou superiores a formulação padrão de maneira geral foram: F1 e F4.

SUGESTÃO PARA FUTUROS TRABALHOS

Realizar o estudo dos diagramas triaxiais, delineamento estatísticos com base nas propriedades tecnológicas e realização do DRX das formulações desenvolvidas.

REFERENCIAS

AGUIAR, Mariane Costalonga de. Processos de fabricação de cerâmica vermelha. Rio de Janeiro: Cetem – Centro de Tecnologia Mineral, 2022. 55 p.

AGUIAR, R. B. Projeto cadastro de fontes de abastecimento por água subterrânea, estado do Piauí: diagnóstico do município de União / Organização do texto [por] Robério Bôto de Aguiar [e] José Roberto de Carvalho Gomes - Fortaleza: CPRM - Serviço Geológico do Brasil, 2004.

ALMEIDA, K. S. de; SOARES, R. A. L.; MATOS, J. M. E. de. Efeito de resíduos de gesso e de granito em produtos da indústria de cerâmica vermelha: revisão bibliográfica. Matéria (Rio de Janeiro), [S.L.], v. 25, n. 1, p. 1-14, 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0893>.

ALMEIDA, K. S. de. Cerâmica vermelha: normas, ensaios e verificações. In: Congresso brasileiro de cerâmica, 58., 2014, Oeiras, Pi. Congresso Brasileiro de Cerâmica. Bento Gonçalves, Rs: [S.N], 2014. p. 1-10.

ALMON, W.R. & DAVIES, D. K., 1981. – Formation damage and the Crystal chemistry of clays, in F.J. Longstaffe, ed., Short Course in Clays and Resource Geologist: Min. Assoc. of. Canada, p. 81-103.

AMPIAN, S. G. Clays. [S. l.]: Department of the Interior, Bureau of Mines, 1979.

ANICER – Associação Nacional da Indústria Cerâmica. Dados do setor. Disponível em: <https://www.anicer.com.br/2021/06/anicer-realiza-hoje-palestra-perspectivas-para-o-mercado-da-industria-ceramica/>. Acesso em: agosto de 2023.

AMARAL, Lucas Fonseca. Formulação de massa cerâmica para fabricação de telhas. 2016. 104 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciência de Materiais., Universidade Estadual do Norte Fluminense – Uenf, Campos dos Goytacazes - RJ, 2016.

ANFACER. Brasil concentra 4 dos maiores produtores de cerâmica do mundo. 2023. Disponível em: <https://www.anfacer.org.br/noticias/brasil-concentra-4-dos-maiores-produtores-de-ceramica-do-mundo>. Acesso em: 1 nov. 2023.

ARAÚJO, R. dos S. G. de. Estudo da adição de feldspato em massa cerâmica de telhas prensadas para produção de adoquim / Rodrigo dos Santos Galvão de Araujo. - 2019.

ABNT - NBR 15270-1: Componentes cerâmicos. Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – Terminologia e requisitos. Associação Brasileira de Normas Técnicas, p. 15, 2017b.

ABNT - NBR 15270-2 Componentes cerâmicos – Blocos e tijolos para alvenaria Parte 2: Métodos de ensaios. Associação Brasileira de Normas Técnicas, v. 2, p. 29,

2017a.

ABNT - NBR 6459-2016-Solo-Determinacao-do-limite-deliquidez-pdf, 2016a

ABNT - NBR 7180 Solo – Determinação do limite de plasticidade. Associação Brasileira de Normas Técnicas, p. 8, 2016b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NM 30: Agregado miúdo - Determinação da absorção de água. Rio de Janeiro, p.3. 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. 6458: Grãos de Pedregulho Retidos Na Peneira de Abertura 4,8mm - Determinação da Massa Específica, da Massa Específica Aparente e da Absorção de Água. Rio de Janeiro, p.10. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7180: Solo – Determinação do limite de plasticidade: Método de ensaio. Rio de Janeiro, p.3. 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. 10611: Corpo de prova - Formas e tipos de ensaios - Padronização. Rio de Janeiro, p. 20. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. 15270-1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação — Terminologia e requisitos. Rio de Janeiro, p. 15. 2005.

BRAGA, W. A.; BRANDÃO, F. da S.; SANTOS, M. W. L. C. dos; SALES, J. C. A informalidade na indústria de cerâmica vermelha - estudo de caso - fábrica em Hidrolândia-ce. In: Congresso técnico científico da engenharia e da agronomia. Teresina, Brasil: [S. n.], 2014. p. 14.

BRITO, I. P.; ALMEIDA, E. P.; NEVES, G. A.; MENEZES, R.R.; SILVA, V. J.; SANTANA, L.N.L.; Avaliação de novos depósitos de argilas do Estado da Paraíba visando sua aplicação como matérias-primas cerâmicas. Revista: Cerâmica, [s.l.], v. 61, n. 360, p.391-398, dez. 2015.

CASES, J.M., Lietàrd, O., Yvon, J., Delon, J.F., 1982, Étude des propriétés cristallographiques, morphologiques, superficielles des kaolinites désordonnées. Bulletin Minéralogie, S.I., v. 105, p. 439-455.

CELIK, H. Technological characterization and industrial application of two Turkish clays for the ceramic industry. Applied Clay Science, [S.L.], v. 50, n. 2, p. 245-254, out. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2010.08.005>]

CICHELLA, B. Influência da composição química das argilas na resistência mecânica de revestimentos cerâmicos via seca. 2022. 28 f. TCC (Doutorado) - Curso de Engenharia de Química, Professor do Centro Universitário Unisatc, Santa Catarina, 2022.

CROZETTA, Jacquelinei Ribeiro *et al.* Influência da Granulometria na Plasticidade e Retração de Secagem das Argilas]. Cerâmica Industrial, Cocal do Sul, v. 21, n. 1, p. 1-9, fev. 2016.

DEER W. A., Howie R. A., Zussman J. 1966. Minerais Constituintes das Rochas – Uma Introdução. 2ª Ed. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 558p.

DIAS, C. A. C. M. Reciclagem de lama de alto forno em cerâmica vermelha. 2011. 142 p. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Norte Fluminense, Rio de Janeiro, 2011.

DONDI, M. Caracterização Tecnológica dos Materiais Argilosos: Métodos Experimentais e Interpretação dos Dados. Revista Cerâmica Industrial, v.11 nº3, maio/junho, pág. 36-40, 2006.

FANTOZZI, G., “Welcome to Ceramics: A New Open Access Scientific Journal on Ceramics Science and Engineering”, Ceramics, pp. 1-2, 2018.

CALLISTER, W., J., RETHWISCH, D., Fundamentals of Materials Science and Engineering: AN INTEGRATED APPROACH, 5th Edition, Wiley, 2015.

FERNANDES, J. E.; Catalisadores Cu-, Co-, ou Fe -e ZSM -5 - Caracterização e Avaliação na Redução de NO a N2 com Hidrocarbonetos na Presença ou Ausência de Vapor de Água. 2005. 165 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.

FERREIRA, Elvis Pantaleão; REIS, Alessandra Savazzini dos; DELAQUA, Geovana Carla Girondi; AZEVEDO, Afonso Rangel Garcez de; VIEIRA, Carlos Mauricio Fontes. Diagnóstico da indústria de cerâmica vermelha de São Roque do Canaã, ES. Cerâmica Industrial, [S.L.], v. 28, n. 1, p. 1-13, 2023. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2023.022>.

GAUPP R., MATFER A., PLATT J., RAMSEYER K. & WALZEBUCK J. (1993) Diagenesis and fluid evolution of deeply buried Permian (Rotliegende) Gas Reservoirs, Northwest Germany. Am. Assoc. Petrol. Geol. Bull. 77, 1111-1128.

GOMES, C.F. Argilas: o que são e para que servem. Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1988.

Grim, R.E. (1968) Clay Mineralogy. McGraw-Hill, New York.

IBRAM Mineração Brasil, 2008. Piauí possui controle exploração mineral. Disponível em: < <https://ibram.org.br/noticia/piaui-possui-controle-exploracao-mineral/> >. Acesso em: 04, dezembro e 2022.

IBRAM. Instituto Brasileiro de Mineração. Estudo do CPRM apresenta variedade mineral do Estado do Piauí. 2016. Disponível em: <https://ibram.org.br/noticia/estudo-do-cprm-apresenta-variedade-mineral-do-estado-do-piaui/>. Acesso em: 11 out. 2016.

JÚNIOR, W.M.; OLIVEIRA, R.F. Utilização do Resíduo Cerâmico na Indústria. GETEC, v.10, n. 30, p. 71-89. 2021

KIEUFACK, G.; FAGEL, N.; TCHAMBA, A.B.; BOMENI, I.y.; NGAPGUE, F.; OUAHABI, M. El; WOUATONG, A.s... Mineralogical and physico-chemical characterization of alluvial clays from Bamendou-Balessing (West Cameroon):

suitability for ceramics. *Construction And Building Materials*, [S.L.], v. 407, p. 133396, dez. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133396>.

LINHARES JUNIOR, Zacarias. Otimização de massa cerâmica utilizando delineamento estatístico para produção de bloco cerâmico. 2015. 116 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, O Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Teresina, 2015. Cap. 5

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

MACEDO, R. S. Estudo das matérias-primas e tijolos furados produzidos no Estado da Paraíba, Diss. Mestrado, DEQ-CCT-UFPB (1997) 107.

MATENCIO, Tulio. Importância dos materiais cerâmicos na nossa sociedade. *Revista Matéria*, Minas Gerais, v. 25, n. 1, p. 1-2, 2020.

MELO JUNIOR, Homero Reis de. Estudo para seleção de áreas apropriadas para a instalação de aterros sanitários nos municípios de União, Lagoa Alegre, Santa Cruz dos Milagres, São Miguel do Tapuio e Socorro do Piauí: emenda parlamentar n. 19350002/2021, município de União, PI / Homero Reis de Melo Junior, Raimundo Almir Costa da Conceição [e] Lenilson José Souza de Queiroz. – Teresina: CPRM, 2022.

MURRAY H. H. 2000. Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview. *Appl. Clay Sci.*, 17: 207-221

PRACIDELLI, Sebastião; MELCHIADES, Fábio G. Importância da composição granulométrica de massas para cerâmica vermelha. *Cerâmica Industrial*, v. 2, n. 1/2, p. 31-35, 1997.

PASCHOAL, Kamila; MEIRA, Alexandre. ANÁLISE DA CAPACIDADE DO PROCESSO DE SECAGEM EM UMA CERÂMICA VERMELHA. *Cerâmica Industrial*, [S.L.], v. 20, n. 5, p. 40-44, dez. 2015. Editora Cubo. <http://dx.doi.org/10.4322/cerind.2015.033>.

PASSOS FILHO, Roberto Rios. ARGILOMINERAIS EM RESERVATÓRIOS DE HIDROCARBONETOS: “POSSIBILIDADE DE DANO DE FORMAÇÃO. 2019. 66 f. TCC (Graduação) - Curso de Geologia, Instituto de Geociências, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2019.

PRACIDELLI, F. G.S. Melchiades, *Ceram. Ind.* 2 (1997) 31- 35.

PRADO, Carolina Mangieri de Oliveira. Caracterização química e mineralógica das argilas utilizadas na produção de cerâmica vermelha no estado de Sergipe. 2011. 82 f. Tese (Doutorado) - Curso de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão/Se, 2011.

PEREIRA FILHO, E. F. A cerâmica vermelha no estado do Piauí. in: ii congresso online de engenharia de materiais, 2., 2020, Online. Anais [...]. Teresina: [s.n], 2020.

p. 1-1. Disponível em: <https://cdn.congresse.me/bfrug7b2rdynqju266tvojl4f8a>. Acesso em: 25 jul. 2023.

RACANELLI, Lêda de Azevedo; CÂNDIDO, Verônica Scarpini; SOUZA, José Antônio da Silva; CARDOSO, Dilson Nazareno. Caracterização e Estudo das Propriedades Físicas, Químicas e Mecânicas das Argilas Cauliníticas da Região Nordeste do Estado do Pará. *Matéria* (Rio de Janeiro), [S.L.], v. 25, n. 1, p. 1-11, 2020. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0919>.

SANTOS, P. DE S. Ciência e tecnologia de argilas. 2. ed. São Paulo: Ed Edgard Blücher, 1989.

SANTOS, F. K. dos.; A indústria da cerâmica vermelha e os índices de extremos climáticos para os estados do Rio Grande do Norte e Paraíba. 2017. 104 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de PósGraduação em Ciências Climáticas, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017.

SANCHEZ-MUÑOZ, L.; CAVA, S. da S.; PASKOCIMAS, C. A.; CERISUELO, E.; LONGO, E. e CARDA, J. B. (2002). Influência da composição das matérias primas no processo de gresificação de revestimentos cerâmicos, *cerâmica*, 48 (307), p. 137-145.

SEBRAE (org.). Construção civil: veja as tendências cerâmicas para 2023. 2023. Disponível em: <https://sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/construcao-civil-veja-as-tendencias-ceramicas-para> 2023, e9c50c8c450d5810VgnVCM1000001b00320aRCRD. Acesso em: 20 dez. 2023.

SILVA, Magno de Lima; PEREIRA, Francisca Maria Martins. Caracterização de argilas provenientes de indústria de cerâmica vermelha do Município do Crato – Ceará, Brasil. *Research, Society And Development*, [S.L.], v. 10, n. 10, p. 1-11, 15 ago. 2021. *Research, Society and Development*. <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i10.18392>.

SILVA, Fabiane Leocadia da. Criação de Banco de Dados de Fases Sintéticas e Caracterização Quantitativa Eletrônica de Cerâmicas. [manuscrito] / Fabiane Leocadia da Silva. - 2020.

SILVA, A. L.; LUNA, C. B. B.; CHAVES, A. C.; NEVES, G. A. Avaliação de novos depósitos de argilas provenientes da região sul do Amapá visando aplicação na indústria cerâmica. *Cerâmica*, [S.L.], v. 64, n. 369, p. 69-78, mar. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643692275>.

SOARES, R. A. L. As argilas do setor cerâmico piauiense. In: Congresso brasileiro de cerâmica, 58., 2014, Bento Gonçalves. *Anais [...]*. Bento Gonçalves: [S.N.], 2014. p. 1-8.

SOARES, R. A. L. Influência do teor de calcário no comportamento físico, mecânico e microestrutural de cerâmicas estruturais. 2008. 98f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

SOUZA, J. V.; Estudo e Desenvolvimento de Alternativas para o aproveitamento de Resíduo das Indústrias de Revestimentos Cerâmicos. São Paulo. 2003.

TEIXEIRA, S.R.; SOUZA, S.A.; MOURA, C.A.I. Mineralogical characterization of clays used in the structural ceramic industry in west of S. Paulo State, Brazil. *Cerâmica*, 47, p.204- 207, 2001.

SOUZA, J. V.; Estudo e Desenvolvimento de Alternativas para o aproveitamento de Resíduo das Indústrias de Revestimentos Cerâmicos. São Paulo. 2003.

SOUZA SANTOS P. Tecnologia das argilas. Vol.1-2. São Paulo: Edgard Blucher, 1975.

TEIXEIRA, S.R.; SOUZA, S.A.; MOURA, C.A.I. Mineralogical characterization of clays used in the structural ceramic industry in west of S. Paulo State, Brazil. *Cerâmica*, 47, p.204- 207, 2001.

VICENZI, J. Efeito da Adição de Chamota em uma Massa Cerâmica de Argila Vermelha. Dissertação de Mestrado em Engenharia – PPGEM, UFRGS. Porto Alegre, 1999.

VIEIRA, C. M. F.; HOLANDA, J. N. F. de; PINATTI, D. G. Caracterização de massa cerâmica vermelha utilizada na fabricação de tijolos na região de Campos dos Goytacazes - RJ. *Cerâmica*, [S.L.], v. 46, n. 297, p. 14-17, mar. 2000. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132000000100003>.

WILLIAM, D. Callister Ciência e engenharia de materiais: uma introdução / William D. Callister, Jr., David G. Rethwisch; tradução Sergio Murilo Stamile Soares. - 9. ed. - Rio de Janeiro: LTC, 2016. il.; 28 cm.

WILSON, M.D. & PITTMAN, E.D., 1977 - Authigenic clays in sandstones: recognition and influence on reservoir properties and paleoenvironmental analysis. *Jour. Sed. Pet.*, v. 47, nº 1, p. 3 – 31.

WORDEN, R.H. & MORAD, S. 2003. Clay mineral Cements in Sandstones, IAS Special Publication 34, p. 109-128.