



**INSTITUTO FEDERAL**  
Piauí



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

**PATRICIA DA SILVA LIMA**

**ESTUDO MINERALÓGICO E TECNOLÓGICO DO CAULIM DO MEIO-NORTE  
NORDESTINO**

**TERESINA-PI**

**2025**

**PATRICIA DA SILVA LIMA**

**ESTUDO MINERALÓGICO E TECNOLÓGICO DO CAULIM DO MEIO-NORTE  
NORDESTINO**

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: Tecnologias Ambientais.

Orientador: Prof. Dr. Érico Rodrigues Gomes

Coorientador: Prof. Dr. Kelson Silva de Almeida

**TERESINA-PI**

**2025**

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

---

Lima, Patrícia da Silva

L732e      Estudo mineralógico e tecnológico de caulim do meio-norte nordestino /  
Patrícia da Silva Lima. - 2025.  
71 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Instituto Federal de  
Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Campus Teresina Central, 2025.

Orientador : Prof Dr. Érico Rodrigues Gomes.

Coorientador : Prof Dr. Kelson Silva de Almeida.

1. Caulim. 2. Caracterização mineralógica. 3. indústria caulítica. I.Título.

CDD - 620.1

---

**Elaborado por Tanize Maria Sales CRB 3/1024**

**PATRICIA DA SILVA LIMA**

**ESTUDO MINERALÓGICO E TECNOLÓGICO DO CAULIM DO MEIO-NORTE  
NORDESTINO**

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: 20/08/2025.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Érico Rodrigues Gomes (Orientador)  
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

---

Prof. Dr. Gilvan Moreira da Paz  
Instituto Federal do Piauí (IFPI)

---

Prof<sup>a</sup>. Dra. Paulysendra Felipe Silva  
Universidade Estadual do Piauí (UESPI)

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus, por me dar forças, saúde e sabedoria ao longo desta longa caminhada, sem ele, nada disso estaria acontecendo. Ao Programa de Pós-Graduação em PPGEM do Instituto Federal do Piauí, pela oportunidade de ampliar meus conhecimentos e pela contribuição na minha formação acadêmica e profissional.

Aos meus orientadores, Prof. Dr. Érico Rodrigues e Prof. Dr. Kelson Almeida pela dedicação, paciência, incentivo constante e pelas valiosas contribuições na construção desta dissertação. O apoio de vocês foi essencial para a realização deste trabalho. Aos professores e colegas do mestrado, uma turma muito especial que tenho grande carinho pelo aprendizado compartilhado, e pelas amizades construídas ao longo do curso. Em especial aos amigos: Lirana, que dividiu comigo muitas viagens ao instituto para assistimos aula. Yudson, Sandra, Antônio, Fernando, Nayara, Ênio foram muitas amizades que de alguma forma me ajudaram durante este processo. Aos técnicos, colaboradores e profissionais que contribuíram direta ou indiretamente para a realização das etapas deste estudo, meus sinceros agradecimentos.

À instituição em que trabalho, a Unifacema, pela contribuição profissional, pela flexibilidade de horários e pela disponibilidade dos laboratórios, que foram fundamentais para a realização de parte dos ensaios desta pesquisa. Ao amigo e coordenador de curso Paulo Ricardo, sempre tão compreensivo e incentivador, que me apoiou com generosidade em cada etapa desse percurso. À minha amiga e colega de trabalho Wdyelle, que teve um papel importantíssimo na realização desta pesquisa seu apoio, ajuda e incentivo foram cruciais para a conclusão deste ciclo. À querida Juliana Marise, cujo olhar doce e compreensivo me inspira diariamente, tanto profissional quanto pessoalmente.

Às minhas amigas Amanda, Júh, Lorena e Odvania, que estiveram comigo em todos os momentos. Nos desafios, nas conquistas e até nas pausas para respirar. Obrigada pela amizade sincera, pelo apoio incondicional e por compartilharem essa jornada comigo com tanto carinho e lealdade. Ao meu paráco e amigo Gothardo pelas palavras de fé e esperança.

À minha família, em especial aos meus pais, Francisco e Luziana que sempre se dedicaram com amor e esforço para me proporcionar a oportunidade de estudar. Aos meus irmãos, Fabrício e Maurício, meus maiores apoiadores e fonte de inspiração. A vocês, minha eterna gratidão pela base sólida, pelo amor incondicional, incentivo e apoio em todos os momentos especialmente nos mais desafiadores.

Às minhas tias Elvirane, Hildete e Onete, e à minha amada vizinha Edite, por todo amor, apoio e palavras de encorajamento.

**Guardai-me, ó Deus, porque em vós me refugio!**

## RESUMO

Depósitos de caulim ocorrem em diversas regiões do mundo. A demanda por produtos de maior qualidade nas indústrias, aliada à necessidade de eficiência nos processos produtivos, tem intensificado as exigências quanto às características das matérias-primas e dos aditivos utilizados, entre eles o caulim. Neste contexto, este trabalho apresenta um estudo das propriedades mineralógicas e tecnológicas de amostras de caulim provenientes do Meio-Norte nordestino, especificamente dos municípios de Caxias (MA), Floriano (PI) e Palmeirais (PI). As caracterizações físico-químicas foram realizadas por meio de difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), análise granulométrica, termogravimetria (TGA/DTG) e ensaios de plasticidade, além da avaliação tecnológica de corpos de prova sinterizados a 900 °C e 1000 °C. Os resultados evidenciaram variações significativas entre as amostras quanto à composição química e ao comportamento térmico, com predomínio de caulinita e presença variável de impurezas como quartzo, mica e óxidos de ferro. Em termos tecnológicos, observou-se que a elevação da temperatura promoveu melhoria nas propriedades físicas, como densificação e retração, embora os valores de resistência mecânica (TRF) tenham permanecido baixos para aplicações estruturais. A amostra de Floriano destacou-se pela elevada pureza mineralógica e estabilidade térmica. Esses resultados indicam perspectivas promissoras para o uso das amostras em produtos cerâmicos não estruturais e evidenciam a significância econômica e tecnológica da exploração mineral no Meio-Norte Nordeste. A amostra de Floriano destacou-se pela maior pureza mineralógica e estabilidade térmica. Os resultados indicam potencial de aplicação das amostras em produtos cerâmicos não estruturais e demonstram a relevância econômica da exploração mineral da região.

**Palavras chave:** caulim; caracterização mineralógica; indústria caulítica.

## ABSTRACT

Kaolin deposits occur in various regions of the world. The demand for higher-quality products in industries, combined with the need for efficiency in production processes, has intensified the criteria for the characteristics of raw materials and additives used, including kaolin. In this context, this work presents a study of the mineralogical and technological properties of kaolin samples from the Mid-North region of the Northeast, specifically from the municipalities of Caxias (MA), Floriano (PI), and Palmeirais (PI). Physicochemical characterizations were performed using X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF), particle size analysis, thermogravimetry (TGA/DTG), and plasticity tests, in addition to the technological evaluation of specimens sintered at 900 °C and 1000 °C. The results showed significant variations between the samples in terms of chemical composition and thermal behavior, with a predominance of kaolinite and variable presence of impurities such as quartz, mica, and iron oxides. Technologically, it was demonstrated that increasing the temperature promotes improvements in physical properties, such as densification and shrinkage, although the mechanical strength (TRF) values remain low for structural applications. A sample from Floriano stood out for its high mineralogical purity and thermal stability. These results indicate promising prospects for the use of samples in non-structural ceramic products and highlight the economic and technological significance of mineral exploration in the Mid-North Northeast region. The Floriano sample stood out for its greater mineralogical purity and thermal stability. The results indicate potential application of the samples in non-structural ceramic products and demonstrate the economic relevance of mineral exploration in the region.

**Keywords:** kaolin; minerological characterization; kaolin industry.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|                 |                                                                                     |    |
|-----------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1        | - Amostra Caulim de Caxias-MA.....                                                  | 18 |
| Figura 2        | - Modelo estrutural do mineral calinita.....                                        | 20 |
| Figura 3        | - Principais depósitos do Brasil.....                                               | 21 |
| Figura 4        | - Principais países exportadores e importadores de Caulim.....                      | 27 |
| Figura 5        | - Mapa de localização dos Municípios de Caxias-MA, Palmeirais-PI e Floriano-PI..... | 29 |
| Figura 6        | - Fluxograma do procedimento experimental.....                                      | 30 |
| Figura 7        | - Estufa de secagem e esterilização.....                                            | 31 |
| Figuras 8 e 9   | - Amostras Caxias e Floriano secas após a estufa.....                               | 31 |
| Figura 10       | - Destorroamento manual após a secagem .....                                        | 32 |
| Figura 11       | - Moinho de bolas SOLAB .....                                                       | 32 |
| Figura 12       | - Amostras CFL e CPR após secagem, destorroamento e peneiramento.....               | 33 |
| Figura 13       | - Máquina de ensaios universal, modelo AG – I 250KN.....                            | 35 |
| Figura 14       | - Ensaio de peneiramento .....                                                      | 35 |
| Figuras 15 e 16 | - Ensaio de Peneiramento amostras CFL e CCX1 .....                                  | 36 |
| Figura 17       | - Espectrômetro de Fluorescência de Raios X .....                                   | 38 |
| Figura 18       | - Aparelho de Casagrande .....                                                      | 39 |
| Figura 19       | - Aparelho TGA-51H Shimadzu .....                                                   | 39 |
| Figura 20       | - Matriz uniaxial metálica.....                                                     | 39 |
| Figuras 21 e 22 | - Corpos de provas sintetizados.....                                                | 41 |
| Figura 23       | - Forno usado para sintetização das amostras.....                                   | 41 |

|           |   |                                              |    |
|-----------|---|----------------------------------------------|----|
| Figura 24 | - | Corpos de prova após a queima .....          | 43 |
| Figura 25 | - | Análise granulométrica da amostra CFL .....  | 48 |
| Figura 26 | - | Análise granulométrica da amostra CCX1 ..... | 48 |
| Figura 27 | - | Análise granulométrica da amostra CCX2 ..... | 48 |
| Figura 28 | - | Análise granulométrica da amostra CCX3.....  | 49 |
| Figura 29 | - | Análise granulométrica da amostra CPB .....  | 49 |
| Figura 30 | - | Análise granulométrica da amostra CPR .....  | 49 |
| Figura 31 | - | DRX da amostra CFL .....                     | 53 |
| Figura 32 | - | DRX da amostra CCX1 .....                    | 54 |
| Figura 33 | - | DRX da amostra CCX2 .....                    | 54 |
| Figura 34 | - | DRX da amostra CCX3.....                     | 54 |
| Figura 35 | - | DRX da amostra CPB .....                     | 55 |
| Figura 36 | - | DRX da amostra CPR .....                     | 55 |
| Figura 37 | - | Curva TGA/DTG da amostra CFL .....           | 57 |
| Figura 38 | - | Curva TGA/DTG da amostra CCX1 .....          | 58 |
| Figura 39 | - | Curva TGA/DTG da amostra CCX2 .....          | 58 |
| Figura 40 | - | Curva TGA/DTG da amostra CCX3 .....          | 58 |
| Figura 41 | - | Curva TGA/DTG da amostra CPB .....           | 59 |
| Figura 42 | - | Curva TGA/DTG da amostra CPR.....            | 59 |
| Figura 43 | - | Perda ao fogo das amostras (PF) .....        | 59 |
| Figura 44 | - | Absorção de água (AA) das amostras.....      | 60 |
| Figura 45 | - | Porosidade aparente (PA.....                 | 61 |
| Figura 46 | - | Retração linear (RL) .....                   | 62 |
| Figura 47 | - | Massa específica aparente (MEA) .....        | 62 |

|           |                                         |    |
|-----------|-----------------------------------------|----|
| Figura 48 | – Tensão de ruptura à flexão (TRF)..... | 63 |
|-----------|-----------------------------------------|----|

## LISTA DE TABELAS

|          |                                                                                                                  |    |
|----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 | – Classificação das amostras quanto à cor <i>in natura</i> .....                                                 | 33 |
| Tabela 2 | – Classificação quanto à plasticidade, tomando como referência o valor do índice de plasticidade.....            | 38 |
| Tabela 3 | – Resultados dos limites de liquidez, limite de plasticidade e índice de plasticidade da argila caulinítica..... | 50 |
| Tabela 4 | – Resultados de fluorescência de raios X.....                                                                    | 51 |
| Tabela 5 | – Resultados de TG/DTG das amostras de caulim.....                                                               | 56 |
| Tabela 6 | – Características dos corpos de prova das amostras do Meio-Norte nordestino.....                                 | 64 |

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

|           |                                                                                                          |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ABNT      | Associação Brasileira de Normas Técnicas                                                                 |
| ANM       | Agência Nacional de Mineração                                                                            |
| ASTM      | American Society for Testing and Materials                                                               |
| DRX       | Difração de Raios X                                                                                      |
| DTG       | Derivada Termogravimétrica                                                                               |
| IFPI      | Instituto Federal do Piauí                                                                               |
| IP        | Índice de Plasticidade                                                                                   |
| LL        | Limite de Liquidez                                                                                       |
| LP        | Limite de Plasticidade                                                                                   |
| MEA       | Massa Específica Aparente                                                                                |
| NBR       | Norma Brasileira                                                                                         |
| PA        | Porosidade Aparente                                                                                      |
| PF        | Perda ao Fogo                                                                                            |
| RL        | Retração Linear                                                                                          |
| TGA       | Análise Termogravimétrica                                                                                |
| TRF       | Tensão de Ruptura à Flexão                                                                               |
| UFMA      | Universidade Federal do Maranhão                                                                         |
| UFPI      | Universidade Federal do Piauí                                                                            |
| UNIFACEMA | Universidade de Ciências e Tecnologia do Maranhão                                                        |
| WDXRF     | Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence (Fluorescência de Raios X por Dispersão de Comprimento de Onda) |

## LISTA DE SÍMBOLOS

% Porcentagem

$\Theta$  Teta

$\lambda$  Lambda

° grau

## SUMÁRIO

|          |                                                                        |           |
|----------|------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1</b> | <b>INTRODUÇÃO .....</b>                                                | <b>17</b> |
| 1.1      | OBJETIVOS .....                                                        | 19        |
| 1.1.1    | <b>Objetivo Geral .....</b>                                            | <b>19</b> |
| 1.1.2    | <b>Objetivos Específicos .....</b>                                     | <b>19</b> |
| <b>2</b> | <b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>                                      | <b>20</b> |
| 2.1      | MINERALOGIA .....                                                      | 20        |
| 2.2      | GEOLOGIA .....                                                         | 21        |
| 2.3      | CLASSIFICAÇÃO DOS DEPÓSITOS CAULÍNÍTCOS.....                           | 22        |
| 2.3.1    | <b>Depósitos Primários.....</b>                                        | <b>23</b> |
| 2.3.2    | <b>Depósitos secundários.....</b>                                      | <b>24</b> |
| 2.4      | PRODUÇÃO MUNDIAL .....                                                 | 26        |
| 2.5      | PRODUÇÃO NACIONAL DE CAULIM .....                                      | 28        |
| 2.5.1    | <b>Aspectos da produção nacional de caulim .....</b>                   | <b>28</b> |
| <b>3</b> | <b>METODOLOGIA .....</b>                                               | <b>29</b> |
| 3.1      | LOCAL DA COLETA DA AMOSTRA .....                                       | 29        |
| 3.2      | CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA .....                                  | 30        |
| 3.3      | ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO .....                                        | 34        |
| 3.3.1    | <b>Granulometria por peneiramento.....</b>                             | <b>35</b> |
| 3.3.2    | <b>Difração de Raios-X (DRX).....</b>                                  | <b>36</b> |
| 3.3.3    | <b>Fluorescência Raios-X (FRX) .....</b>                               | <b>37</b> |
| 3.3.4    | <b>Análise de Plasticidade .....</b>                                   | <b>38</b> |
| 3.4      | TÉCNICAS TERMO ANALÍTICAS .....                                        | 39        |
| 3.4.1    | <b>Análises Termogravimétricas (TGA) e Análise de Termogravimetria</b> | <b>39</b> |

|       |                                                                                     |    |
|-------|-------------------------------------------------------------------------------------|----|
|       | <b>Derivada (DTG).....</b>                                                          |    |
| 3.5   | <b>MÉTODOS DE PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA CERÂMICOS.....</b> | 40 |
| 3.5.1 | <b>Preparação dos corpos de prova .....</b>                                         | 40 |
| 3.6   | <b>ENSAIOS TECNOLÓGICOS .....</b>                                                   | 43 |
| 3.6.1 | <b>Análise de Perda ao Fogo (PF) .....</b>                                          | 44 |
| 3.6.2 | <b>Análise de Absorção de Água (AA) .....</b>                                       | 45 |
| 3.6.3 | <b>Análise de Retração Linear (RL) .....</b>                                        | 45 |
| 3.6.4 | <b>Análise de Porosidade Aparente (PA) .....</b>                                    | 46 |
| 4     | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>                                                 | 47 |
| 4.1   | <b>ANÁLISES DE CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS.....</b>                                 | 47 |
| 4.1.1 | <b>Análise granulométrica de caulim .....</b>                                       | 48 |
| 4.1.2 | <b>Índice de Plasticidade .....</b>                                                 | 50 |
| 4.1.3 | <b>Análise da fluorescência de raios – X .....</b>                                  | 51 |
| 4.1.4 | <b>Análise mineralógica .....</b>                                                   | 53 |
| 4.1.5 | <b>Análise térmica .....</b>                                                        | 55 |
| 4.2   | <b>RESULTADOS ENSAIOS TECNOLÓGICOS .....</b>                                        | 59 |
| 4.2.1 | <b>Perda ao Fogo .....</b>                                                          | 60 |
| 4.2.3 | <b>Absorção de Água .....</b>                                                       | 60 |
| 4.2.4 | <b>Porosidade Aparente .....</b>                                                    | 61 |
| 4.2.5 | <b>Retração linear .....</b>                                                        | 61 |
| 4.2.6 | <b>Massa Específica Aparente .....</b>                                              | 62 |
| 4.2.7 | <b>Tensão de Ruptura à Flexão .....</b>                                             | 63 |
| 5     | <b>CONCLUSÃO .....</b>                                                              | 65 |

|                          |           |
|--------------------------|-----------|
| <b>REFERÊNCIAS .....</b> | <b>66</b> |
|--------------------------|-----------|

## 1 INTRODUÇÃO

A crescente exigência de qualidade dos produtos nas indústrias e a busca pela eficiência nos processos de produção mundial tem imposto requisitos cada vez mais rigorosos em termos de qualidade de matérias-primas e aditivos, como o caulim (GOUGAZEH, 2022). A estimativa de mercado global de caulim foi cerca de R\$20,9 bilhões antes do final de 2022 e deve chegar a R\$29,9 bilhões até 2030. A impulsão desse mercado é dada principalmente pela crescente demanda desse minério na produção industrial (BUYONDO, KASEDE e KIRABIRA, 2022).

Os minérios de caulim, especialmente aqueles com elevada proporção de caulinita, constituem uma matéria-prima de grande interesse industrial devido ao seu amplo espectro de aplicações. Suas propriedades características incluem baixa condutividade térmica e elétrica, reduzida área superficial específica, coloração branca ou quase branca, além de ser um material quimicamente inerte, não abrasivo e estável em uma ampla faixa de pH entre 4 a 9 (SÁNCHEZ-SOTO *et al.*, 2022). Além disso, resiste a altas temperaturas, não é tóxico e possui alta refratariedade (ROMERO-GUERRERO *et al.*, 2018).

O caulim é um mineral comumente misturado a outros minerais, como: mica, quartzo e turmalina. E apresenta características como inorgânico, insolúvel em água, imune aos microrganismos e às mudanças bruscas de temperatura (SPACOV *et al.*, 2018). Sua aplicação no setor industrial é muito variada, em função de suas propriedades físicas e químicas que são bem diversas, utilizado em diversos segmentos da indústria de papel, cerâmica, borracha, plásticos, farmacêutico, tintas e cosméticos (ARAÚJO *et al.*, 2022).

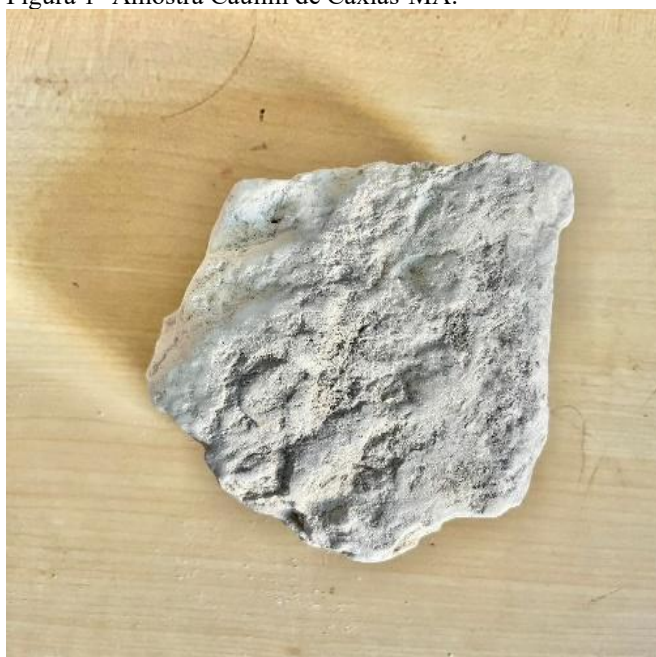
Além disso, esse mineral possui excelentes características técnicas, o que tem sido demonstrado pelas diversas pesquisas, indicando o potencial de aplicação não só na área da construção civil, mas também nas indústrias de refratários e cerâmicas avançadas (ARRUDA *et al.*, 2018).

Este trabalho é motivado pela necessidade de aprofundar o conhecimento científico e tecnológico sobre o caulim, uma matéria-prima com alto potencial para aplicações industriais. A caracterização do caulim encontrado nos municípios de Caxias-MA, Floriano-PI e Palmeirais-PI visa compreender melhor suas propriedades químicas, mineralógicas e tecnológicas, contribuindo para o desenvolvimento econômico da região.

Além disso, o estudo responde à crescente demanda por materiais de alta qualidade no mercado industrial, que requer processos produtivos mais eficientes e matérias-primas com características específicas.

Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo caracterizar química, física, mineralógica e tecnologicamente os caulins provenientes dos municípios de Caxias-MA, Floriano-PI e Palmeirais-PI. Para atingir esse propósito, foram realizadas análises laboratoriais de composição, mineralogia e comportamento térmico, complementadas por ensaios tecnológicos voltados à avaliação do desempenho das amostras em aplicações cerâmicas. A pesquisa busca, assim, não apenas ampliar o conhecimento científico sobre os depósitos da região, mas também fornecer subsídios para o aproveitamento econômico e tecnológico desses recursos minerais. A figura 1, apresenta uma amostra de Caxias-Ma.

Figura 1- Amostra Caulim de Caxias-MA.



Fonte: Autoria própria, 2025.

## 1.1 OBJETIVOS

### **1.1.1 Objetivo Geral**

Caracterizar amostras de caulim da cidade de Caxias-MA, Floriano-PI e Palmeirais-PI visando a utilização para fins industriais.

### **1.1.2 Objetivos Específicos**

- Caracterizar físico, química e tecnológica as amostras de caulins coletadas em Caxias-MA, Floriano-PI e Palmeirais-PI,
- Avaliar as matérias primas coletadas em função das propriedades esperadas pelas normas do setor industrial;
- Sugerir possíveis aplicações na indústria baseado nos resultados da caracterização físico, química e tecnológica dos caulins estudados.

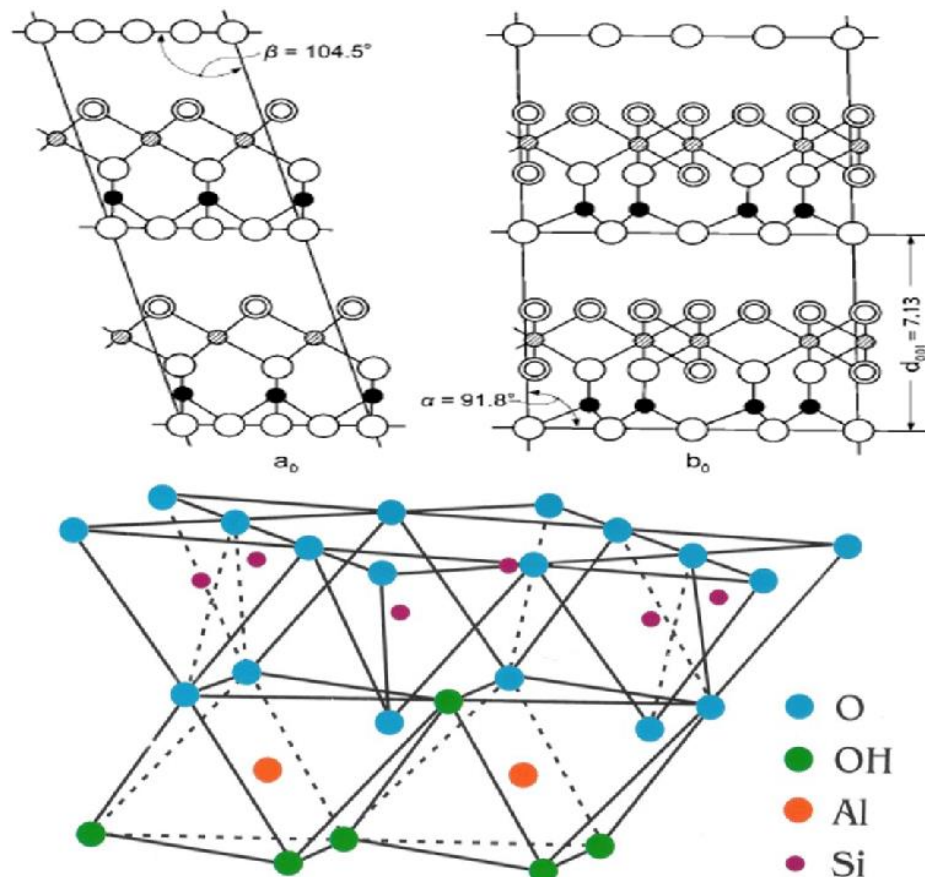
## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 MINERALOGIA

O Caulim é constituído por caulinita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) que é um argilomineral comum que contém cerca de 39,49% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 46,55% de  $\text{SiO}_2$  por peso molecular (CAO *et al.*, 2022). Os minerais argilosos que pertencem a este grupo são caulinita, dickita, nacrita e haloisita. A caulinita, dickita e nacrita têm sido caracterizadas como politipos, enquanto a haloisita tem sido caracterizada como o polimorfo hidratado da caulinita (GIANNI, AVGOUSTAKIS e PAPOULIS, 2020).

Durante a calcinação da caulinita, o principal constituinte do caulim, primeiramente é transformada em metacaulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) e depois convertido em mulita ( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ) (GUATAME-GARCÍA *et al.*, 2018). A caulinita é um silicato com uma folha tetraédrica composta por pilhas regulares de camadas de alumina ( $\text{AlO}_6$ ) e sílica ( $\text{SiO}_4$ ) ligadas através de átomos de  $\text{O}_2$  (NKWOADA *et al.*, 2022) como é observado na Figura 2.

Figura 2- Modelo estrutural do mineral caulinita.



Fonte: SCHACKOW (2015)

## 2.2 GEOLOGIA

Os caulins são minerais de origem residual, derivadas alteração intempérica de rochas feldspáticas preexistentes, de ocorrência característica principalmente na região Norte do Brasil, embora também possam ser encontrados em outros estados como Paraná, Rio de Janeiro e Paraíba entre outros como mostra a Figura 3. A frequência de origem de rochas sedimentares onde o material encontra-se em seu estado mais puro é típico na ocorrência no Pará, Amazonas e Amapá que são os principais estados produtores desse mineral no país. Os estados do Amazonas e Pará representam 98,4% do total de reservas brasileiras, que em 2017 totalizaram aproximadamente 7,2 bilhões de toneladas segundo a Agência Nacional de Mineração (ANM, 2018).

Figura 3- Principais depósitos de Caulim do Brasil.



Fonte: Campos (2018).

O caulim brasileiro é identificado em distintos meios geológicos por se apresentar em diferentes regiões de formação, o que interfere diretamente nas propriedades e características do mineral e os classificam em grupos como: caulins sedimentares, caulins oriundos de

pegmatitos, de rochas graníticas, de rochas vulcânicas, e caulins derivados de anortosito (CABRAL *et al.*, 2009).

Geologicamente a formação Piauí consiste de uma sequência essencialmente arenosa, com níveis de siltitos e folhelhos, além de intercalações de calcário. No topo desenvolvem-se, localmente, níveis de sílex. Os sedimentos arenosos da seção inferior são representados por arenitos avermelhados, róseos e amarelados, finos a grosseiros, argilosos, localmente feldspáticos. A seção superior é constituída de arenitos avermelhados, amarelo-esbranquiçados, finos a médios, pintalgados de caulim, regularmente selecionados e grãos subarredondados. Estratificação cruzada tipo plano-tabular e acanalada de grande porte são as estruturas dominante na seção (CORREIA FILHO *et al.*, 2011).

As unidades litológicas de Floriano-PI apresentam exposições no âmbito da área do município pertencente às coberturas sedimentares. Os sedimentos mais recentes fazem parte da denominada unidade Depósitos Colúvio-Eluviais que reúne areia, argila, cascalho e laterito (BARROS, 2014).

Os solos da região de Palmeirais são provenientes da alteração de arenitos, siltitos, folhelho, calcário e basalto. Compreendem solos litólicos, álicos e distróficos, de textura média, pouco desenvolvidos, rasos a muito rasos. A Formação Piauí ocupa cerca de 48% da área total do município e agrupa arenito, silito, folhelho e calcário. A Formação Pedra de Fogo, aflorando em cerca de 49% da área municipal, com predominância de rochas argilosas, reúne arenito, folhelho, calcário e Silexito (BARROS, 2013).

Estudos como os de Da Silva magalhães; Almeida; Gomes (2022) e Da Silva Xavier, e Da Costa *et al.*, (2018) demonstram que a composição dos solos nos estados do Piauí e Maranhão está intimamente relacionada com os processos de intemperismo e a natureza da rocha-mãe, sendo determinante para a formação e qualidade dos depósitos cauliníticos. No Piauí, predominam solos argilosos de elevada acidez e forte atividade química, enquanto no Maranhão os perfis são mais profundos e espessos, com maior evidência de transporte e reorganização sedimentar (MARQUES *et al.*, 2011).

Essa diferenciação é fundamental para o planejamento da exploração mineral, pois define as propriedades tecnológicas do caulim, sua aplicação industrial e as exigências de beneficiamento para alcançar os padrões comerciais.

## 2.3 CLASSIFICAÇÃO DOS DEPÓSITOS CAULINÍTICOS

Luz e Lins (2008) caracterizam os depósitos de caulim em duas grandes categorias:

depósitos primários e depósitos secundários.

### 2.3.1 Depósitos Primários

Os depósitos primários são classificados em: hidrotermais, intemperizados e solfataras.

#### 2.3.1.1 Hidrotermal

Os caulins do tipo hidrotermal têm sua origem a partir de fluidos quentes em circulação no interior da crosta, formado durante milhões de anos em processo de alteração hidrotermal de rochas. Os granitos são as rochas geradoras mais comuns, como, por exemplo, o da China (Suzhou e Shangai), os depósitos da Nova Zelândia (Maungaparerua). Devido à sua alvura, ao tamanho de sua partícula fina e à sua estrutura em forma de placa, o caulim é usado como recobrimento, enchimento funcional, extensor, matéria prima cerâmica e pigmento. (IMERYS, 2021).

#### 2.3.1.2 Intemperizados

São formados *in situ* pela alteração de rochas-fonte ricas em alumínio, especialmente granitos e gnaisses. São comuns em regiões tropicais, onde o intemperismo químico é intenso. Esse tipo de depósito é característico de áreas do sul do Piauí, como Floriano e Palmeirais (COSTA *et al.*, 2022).

As condições físico-químicas são propícias às alterações dos feldspatos e ou outros aluminossilicatos presentes em rochas graníticas e metamórficas. Como exemplo, temos os depósitos de caulim no entorno da cidade de região Nordeste nas cidades de Equador-RN e em São Paulo (Mogi das Cruzes). O caulim, por exemplo, é um produto originado pela ação do intemperismo de silicatos de alumínio como os feldspatos, (SANTOS *et al.*, 2013).

As jazidas de caulim em Equador (RN) e Junco do Seridó (PB) estão incluídas na Província Pegmatítica Borborema-Seridó e são decorrentes da alteração de feldspática em pegmatitos associados à Formação Equador. O caulim da Província Borborema-Seridó é composto por caulinita podendo conter associado, o quartzo, feldspato e moscovita (CAMPOS, BERTOLINO, ALVES, 2017).

### 2.3.1.3 Solfata

Os depósitos de caulins do tipo solfatar, resultam da ação de emanções vulcânicas ácidas, formadas de vapores de água, ricos em enxofre. As zonas de alteração onde serão formadas são controladas pela ação da temperatura, do PH e a composição do fluido. Um núcleo ácido altamente permeável caracterizado por sílica amorfa é substituído lateralmente por uma zona de alunite e sílica amorfa. A neutralização progressiva dos fluidos promove a formação da caulinita em menor acidez. A permeabilidade da rocha, bem como o grau de alteração, aumentam em direção ao centro da atividade hidrotermal (MAYER *et al.*, 2016). A maioria deste tipo de depósito é encontrado nas imediações de Roma, Itália e possuem quartzo que se assemelha a granulometria bem fina da caulinita, o que torna difícil o seu processo de beneficiamento na separação desses minerais, desse modo as jazidas fornecem material para um melhor aproveitamento na fabricação de cimento branco, devido às suas características abrasivas.

### 2.3.2 Depósitos secundários

Já os depósitos secundários de caulim são fundados pela deposição de caulim na forma de sedimentos em ambientes lagunares, lacustres ou deltaicos. São divididos em três grupos, sendo eles: caulim sedimentar, areia caulínica e argilas plásticas.

#### 2.3.2.1 Caulim sedimentar

Os sedimentos foram depositados ao longo dos anos resultantes da desagregação e alteração de rochas preexistentes. Essa forma de depósito é o tipo das principais jazidas existentes no Brasil, responsável por mais de 93% das reservas de caulim que resultam do transporte e deposição de materiais caulínicos por agentes fluviais, eólicos e marinhos. Estão frequentemente associados à formação de barreiras no Maranhão, especialmente na região de Caxias, onde se observam argilas caulínicas com elevada pureza e estrutura estratificada (SANTOS *et al.*, 2020).

O caulim da região amazônica apresenta seu estado mais puro, diferentemente do que acontece em outras regiões do país onde ocorre a predominância de caulim primário (NASTRI *et al.*, 2011). Estes depósitos possuem granulometrias mais finas dos argilominerais, com altas

concentrações de caulim, porém com maiores concentrações de impurezas como os óxidos de ferro e titânio, que afetam a cor branca original.

Os depósitos de caulim da amazônia brasileira (distritos de Capim e Jari) são bem conhecidos por suas propriedades industriais, incluindo notadamente alta alvura sendo a principal aplicação desses depósitos na indústria de papel para revestimento (MAIA *et al.*, 2014).

#### 2.3.2.2 Argilas plásticas (ball clays)

O termo “ball clay” é utilizado para designar argilas de origem sedimentar que possuem característica a alta plasticidade e granulometria fina, apresentando a cor branca após queima. Mineralogicamente, as argilas “ball clays” são constituídas por caulinita, mica (ilita) e quartzo, baixo teor de ferro, podendo apresentar esmectita e possivelmente clorita, sendo a caulinita, geralmente, mal cristalizada e de fina granulometria (MENEZES *et al.*, 2003).

#### 2.3.2.3 Areia caulinítica

A areia caulinítica é um material sedimentar que combina partículas de quartzo com frações significativas de caulinita, um silicato de alumínio hidratado com estrutura lamelar do grupo das caulinitas ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ). Esse tipo de areia é resultado da alteração intempérica de rochas feldspáticas, especialmente granitos e gnaisses, e ocorre comumente em ambientes tropicais úmidos, onde a intensa lixiviação favorece o enriquecimento em minerais secundários como a caulinita (GALÁN, 2006; MARQUES *et al.*, 2011).

Do ponto de vista mineralógico, a areia caulinítica é caracterizada pela presença de caulinita com cristalinidade variável, associada a partículas detríticas de quartzo, podendo ainda conter traços de mica, ilita, gibbsita e minerais opacos como hematita e anatásio. A proporção entre a fração argilosa e a fração arenosa define a plasticidade e as propriedades tecnológicas do material, o que influencia diretamente seu comportamento em processos industriais (Galan *et al.*, 2019).

Em termos tecnológicos, a areia caulinítica apresenta potencial para aplicação em diversos segmentos da indústria cerâmica, especialmente na produção de peças de revestimento, blocos cerâmicos e isoladores térmicos. A presença de quartzo confere resistência mecânica e estabilidade dimensional, enquanto a caulinita, ao sofrer transformações térmicas, contribui com a formação de mulita e com a retração controlada da massa cerâmica (SOUZA SANTOS

& SOUZA SANTOS, 2008). No entanto, o excesso de quartzo pode comprometer a plasticidade e provocar microfissuras durante a queima, sendo necessário o balanceamento da composição para otimização do desempenho tecnológico.

Além disso, a areia caulinítica possui relevância nos estudos de pedogênese e geologia econômica, sendo indicativa de ambientes de forte intemperismo químico. Sua formação está associada a longos períodos de estabilidade tectônica e clima úmido, fatores que favorecem a transformação de feldspatos em caulinita, frequentemente acumulada em depressões e paleossolos (BIONDI *et al.*, 2003). Tais características fazem da areia caulinítica um importante marcador paleoambiental.

Do ponto de vista ambiental e de sustentabilidade, o aproveitamento de depósitos naturais de areia caulinítica deve ser precedido de avaliações criteriosas quanto à viabilidade de extração, impacto sobre aquíferos e ecossistemas locais, além da caracterização física, química e mineralógica do material. Ensaios de difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX) e análise térmica diferencial (DTA/TG) são essenciais para o controle de qualidade e definição do uso final do produto.

Assim, a areia caulinítica se destaca como um recurso geológico de interesse industrial e científico, cuja caracterização multidisciplinar permite ampliar o entendimento sobre sua gênese, propriedades e aplicabilidade.

## 2.4 PRODUÇÃO MUNDIAL

Segundo o Sumário Mineral Brasileiro, (ANM, 2024), A maior região produtora de caulim do mundo é a América do Norte, com destaque para os Estados Unidos, especialmente o estado da Geórgia, que é o maior produtor de caulim nos Estados Unidos e um dos maiores do mundo. Essa região é conhecida pela produção de caulim de alta qualidade, com características ideais para a indústria de papel e química. As mineradoras da Geórgia produzem principalmente caulim refinado e calcinado, exportando-o para diversos mercados globais.

Além dos Estados Unidos, outros países se destacam como produtores mundiais de Caulim:

**1. Brasil:** um dos principais produtores de caulim, com destaque para o estado do Pará. O caulim brasileiro é valorizado por sua alta brancura, tornando-o ideal para papéis revestidos, cerâmicas e tintas. O Brasil também é um grande exportador, com boa parte de sua produção destinada a mercados da Europa e dos Estados Unidos;

**2. China:** tem uma produção significativa de caulim, concentrada nas províncias de

Guangdong, Fujian e Jiangxi. Embora grande parte do caulim chinês seja utilizada no mercado doméstico, o país também exporta para outros países, principalmente para a fabricação de cerâmica, papel e materiais de construção;

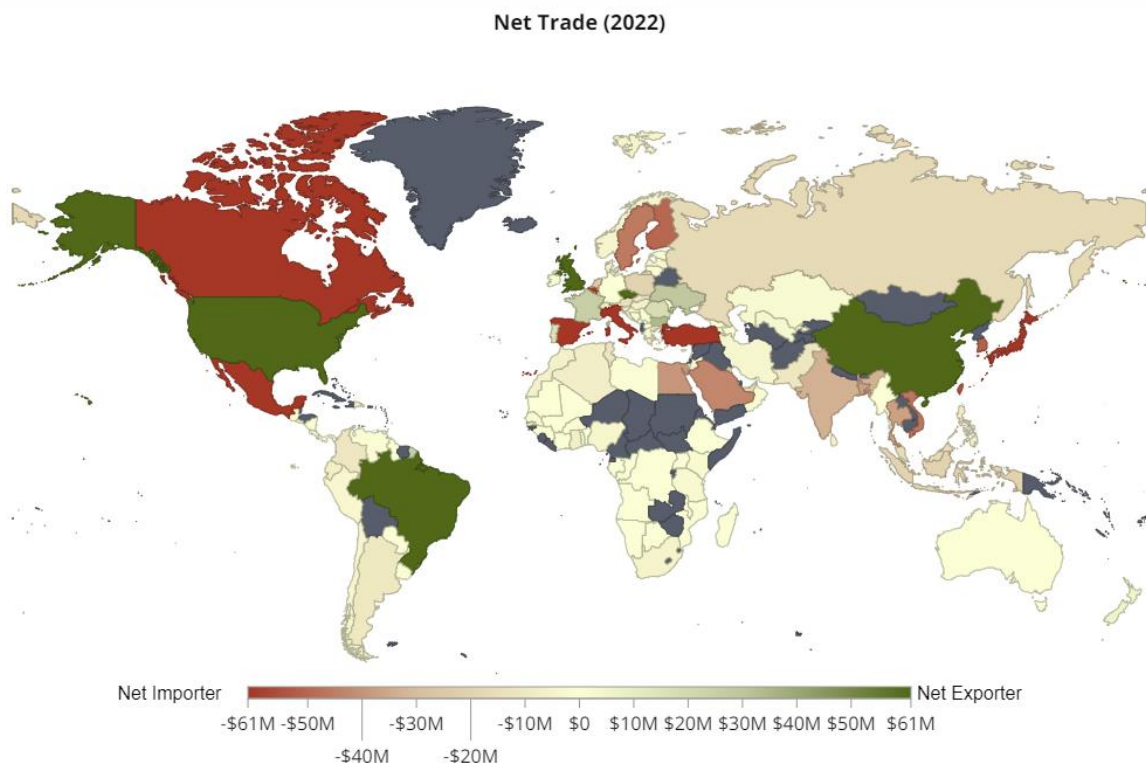
**3. Alemanha:** é um dos principais produtores de caulim na Europa. O caulim alemão é amplamente usado na produção de cerâmica, papel, borracha e plásticos. Além disso, a Alemanha possui tecnologia de processamento, o que melhora a qualidade e o valor do produto final;

**4. Reino Unido:** é conhecido por produzir caulim de alta qualidade, particularmente para as indústrias de cerâmica e papel, especialmente a região da Cornualha. O caulim britânico é bem aceito no mercado internacional devido à sua brancura e pureza.

**5. Austrália:** possui depósitos significativos de caulim, especialmente na região de Western Australia.

Na América Latina, alguns países também possuem extraem e comercializam caulim, como a Argentina, Chile, Colômbia e México e, embora não sejam grandes produtores como Brasil, têm operações de extração de caulim que atendem às demandas locais e, em alguns casos, à exportação a figura 4 ilustra o mercado mundial.

Figura 4- principais países exportadores e importadores de caulim



Fonte: (The Observatory of Economic Complexity-OEC, 2022)

## 2.5 PRODUÇÃO NACIONAL DE CAULIM

### 2.5.1 Aspectos da produção nacional de caulim

Segundo a ANM (2024), a produção de caulim beneficiado no Brasil correspondeu a um total de 1,77 Mt, dos quais 90,6% estão situados pelo maior produtor do país, o estado do Pará, com a maior parte destinada à indústria de papel. As maiores empresas produtoras do país estão localizadas na região norte no Pará, na região do rio Jari, as maiores beneficiadoras são as empresas Imerys Rio Capim Caulim, Cadam e Pará Pigmentos, que juntas produzem 89% do caulim nacional. as regiões do Rio Capim e do Rio Jari são os principais distritos caulíníticos da região amazônica, detentores das maiores reservas brasileiras de caulim de alta qualidade para aplicações como cobertura de papel (BARATA e ANGÉLICA, 2012).

Ainda segundo ANM (2024), No Nordeste, a produção de caulim ocorre principalmente no Maranhão e na Paraíba. No Maranhão, o caulim é explorado principalmente para exportação e atende a indústrias de papel e cerâmica. A Paraíba, especialmente na região de Junco do Seridó, também possui operações de extração e beneficiamento de caulim, atendendo principalmente o mercado interno. Na Bahia existem algumas jazidas de caulim em regiões como Iguai e Vitória da Conquista, onde o mineral é extraído e usado principalmente para aplicações locais. A produção baiana é geralmente destinada às indústrias de cerâmica e, em menor escala, para outros setores que utilizam caulim beneficiado. Embora a produção na região Nordeste não seja tão expressiva quanto em outras regiões, ela desempenha um papel importante no abastecimento local e regional(MELLO, 2024).

Na região sudeste do Brasil, a produção de caulim é realizada em menor escala, com foco em caulim cru ou beneficiado, utilizado em setores como cerâmica e papel, complementando a oferta das grandes empresas produtoras. Minas Gerais e São Paulo também possuem produção de caulim calcinado que, embora não seja tão expressiva quanto no Pará, atende a uma parte da demanda nacional por esse tipo específico de caulim.

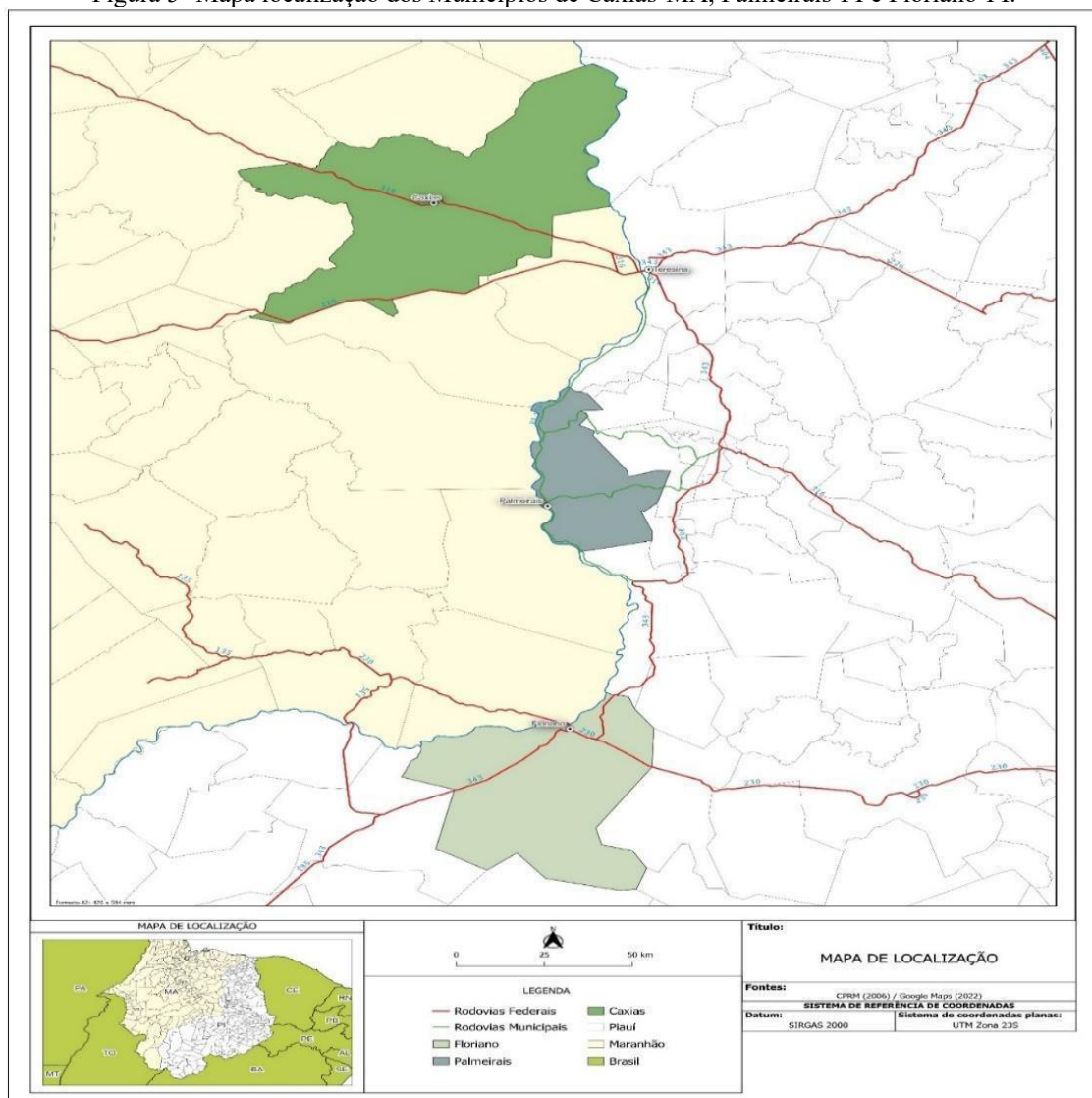
No sul do país, a produção de caulim se concentra em Santa Catarina e no Rio Grande do Sul, a extração no estado é voltada principalmente para o mercado local, com aplicações industriais voltadas para cerâmica, papel e revestimentos. onde empresas locais realizam o beneficiamento do mineral para atender setores de menor demanda.

### 3 METODOLOGIA

#### 3.1 LOCAL DA COLETA DA AMOSTRA

Para a produção deste trabalho as matérias primas foram coletadas no Meio-Norte nordestino. A Figura 5, apresenta o mapa da região com os municípios objeto deste estudo. Caxias -MA, área territorial de 5.201,927 km<sup>2</sup> e população de 156.973 pessoas, distante a 70 km da capital, Teresina - PI com coordenadas 4° 51' 32" S, 43° 21' 21" O; Floriano- PI, área territorial de 3.407,979 km<sup>2</sup> e população de 62.036 pessoas com coordenadas 6° 46' 01" S, 43° 01' 22" O, a 240 Km da capital do Piauí. Palmeirais- PI, área territorial de 1.493,764 km<sup>2</sup> e população de 13.264 pessoas, coordenadas 5° 58' 11" S, 43° 3' 13" O, distante 118 km da capital, Teresina - PI.

Figura 5- Mapa localização dos Municípios de Caxias-MA, Palmeirais-PI e Floriano-PI.

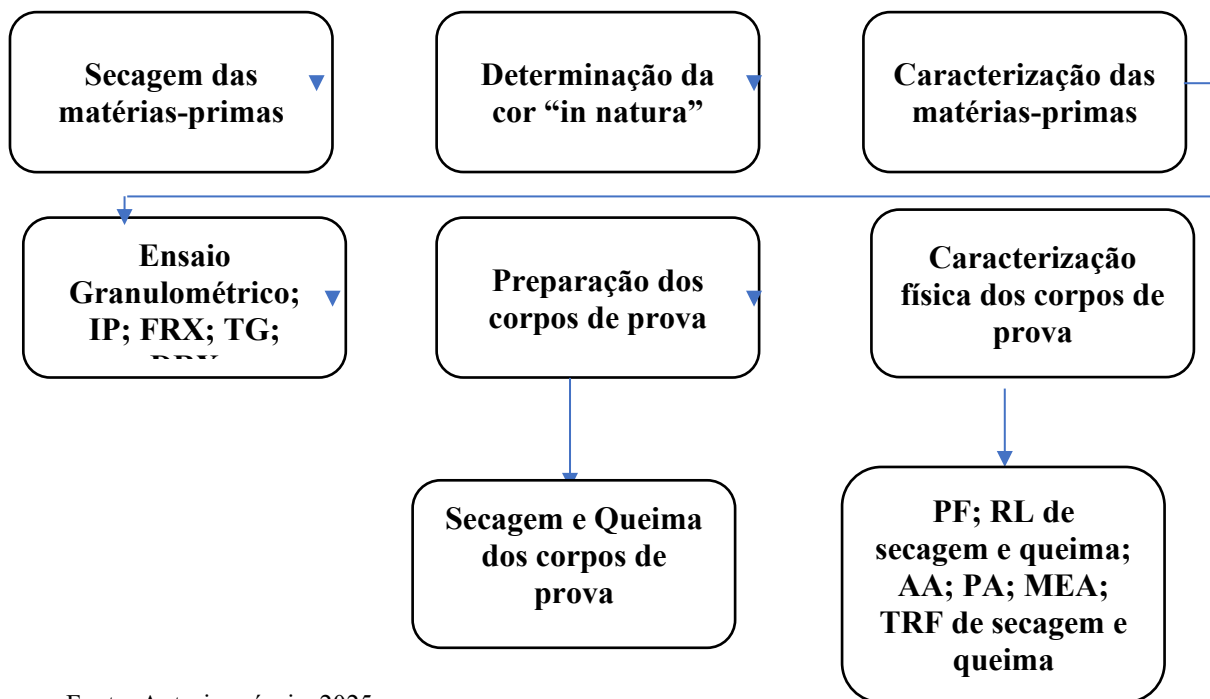


Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.2 CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA

Foram estudadas seis amostras de caulim, sendo três provenientes na cidade de Caxias - MA, duas de Palmeirais e uma amostra de Floriano, as amostras de Caxias-MA foram coletadas, as amostras de Floriano-PI e Palmeirais-PI foram doadas por moradores locais que buscam entender algumas características desse solo. Para fins de caracterização as amostras foram nomeadas da seguinte forma: CFL-Caulim de Floriano, CCX1-Caulim Caxias 1; CCX2-Caulim Caxias 2; CCX3- caulim Caxias 3; CPB-Caulim Palmeirais Branco e CPR-Caulim Palmeirais Rósea. A figura 6 apresenta o fluxograma do procedimento experimental do trabalho.

Figura 6- Fluxograma do procedimento experimental.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Inicialmente foi necessário realizar o processo de secagem com o objetivo de eliminar a água livre presente nos materiais. Estas amostras foram submetidas à secagem individualmente em estufa Figura 7, durante 24h em temperatura de 110°C na Unifacema. Posteriormente, algumas amostras apresentaram resistência ao processo de destorroamento manual, o qual as matérias-primas foram submetidas à moagem a seco, de forma individual, utilizando um moinho de bolas da marca SOLAB. O processo de homogeneização foi realizado

nas dependências do Instituto Federal do Piauí (IFPI). As figuras a seguir apresentam esse processo.

Figura 7- Estufa de Secagem e Esterilização



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 8 e 9- Amostras de Caxias e Floriano secas após a estufa.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 10- Destorroamento manual após a secagem.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 11 - moinho de bolas SOLAB.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 12- Amostras CFL e CPR após secas, destorroadas e peneiradas.



Fonte: Autoria própria, 2025.

As argilas foram coletadas em seu estado bruto, após serem secas, destorroadas e peneiradas foram classificadas quanto a cor in natura das amostras é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1- classificação das amostras.

| Amostras | Cor “in natura” |
|----------|-----------------|
| CFL      | Cinza escura    |
| CCX1     | Branca          |
| CCX2     | Cinza claro     |
| CCX3     | Branca          |
| CPB      | Creme           |
| CPR      | Rósea           |

Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.3 ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO

Para melhor compreensão do material coletado neste estudo, foram realizados os seguintes ensaios de caracterização: granulométrica, mineralógica, química, térmica, e tecnológica.

A análise granulométrica foi realizada por peneiramento, conforme a norma ABNT NBR 7181:2016, com o objetivo de determinar a distribuição do tamanho das partículas e, assim, caracterizar o aspecto físico das matérias-primas.

Para a caracterização mineralógica, empregou-se a técnica de Difração de Raios X (DRX), de acordo com a norma ABNT NBR 16386:2015. Os padrões de difração foram obtidos com o uso do difratômetro BRUKER, modelo D8-ADVANCE, equipado com uma fonte de radiação de cobre ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 0,15418 \text{ nm}$ ), operando a 40 kV e 35 mA. As análises foram conduzidas com varredura nos ângulos  $2\theta$ , variando de  $2^\circ$  a  $70^\circ$ .

A caracterização química foi realizada por meio da técnica de Fluorescência de Raios X (FRX), conforme a norma ASTM C114-18, utilizando-se o espectrômetro *Epsilon 3*, um equipamento de raios X por dispersão de energia (EDXRF) projetado para análise elementar, com o objetivo de identificar os elementos químicos presentes nas amostras.

As análises térmicas das matérias-primas foram conduzidas por meio da técnica de termogravimetria (TGA) e análise térmica diferencial (DTA), utilizando-se os equipamentos *TGA-51H* e *DTA-50H*, ambos da marca Shimadzu. Estes ensaios permitiram avaliar a estabilidade térmica e as reações endotérmicas e exotérmicas dos materiais analisados.

Por fim, para a avaliação das propriedades tecnológicas, foi determinada a resistência mecânica à flexão simples. Para a medida foi utilizada uma máquina de ensaios universal, modelo AG – I 250KN, da Shimadzu, operando a uma velocidade de 0,5 mm/min, a fim de se obter maior precisão dos resultados conforme o método proposto pela norma ASTM D 790/1986. O ensaio foi conduzido nas dependências da IFPI. (Figura 13).

Figura 13- Máquina de ensaios universal, modelo AG – I 250KN.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.3.1 Granulometria por peneiramento

O ensaio de granulometria por peneiramento foi realizado conforme os procedimentos estabelecidos na norma ASTM C136/C136M – Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates, utilizando peneiras com aberturas padronizadas, como ilustrado na Figura 14. Esse método permite a obtenção da curva granulométrica, essencial para a caracterização do perfil físico das partículas presentes nas amostras.

Os equipamentos utilizados na execução do ensaio incluíram: balança analítica de precisão, almofariz com pistilo, conjunto de peneiras granulométricas e agitador mecânico de peneiras. O ensaio foi conduzido nas dependências da Unifacema.

Para análise e interpretação dos dados, adotou-se a classificação granulométrica conforme os critérios da American Society for Testing and Materials (ASTM), instituição amplamente reconhecida por estabelecer normas técnicas e especificações aplicáveis a diversos setores industriais, como construção civil, engenharia e manufatura.

Figura 14 - Ensaio de Peneiramento.



Fonte: Autoria própria, 2025.

O ensaio de distribuição granulométrica visa determinar, através do uso de peneiras, as diversas faixas de diâmetros de grãos que compõem uma matéria-prima ou uma massa por meio da porcentagem em peso que cada diâmetro de grão apresenta em relação à massa total da amostra ensaiada. A amostra durante o processo de peneiramento passa por diversas peneiras até chegar a granulometria desejada (MORAIS *et al.*, 2021).

Figura- 15 e 16- Ensaio de Peneiramento amostras CFL e CCX1.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.3.2 Difração de Raios-X (DRX)

A Difração de Raios X (DRX) é uma técnica amplamente empregada na caracterização de materiais cristalinos, permitindo a identificação qualitativa e a quantificação de fases minerais em amostras policristalinas. Essa técnica baseia-se na interação dos raios X com os planos cristalinos do material, conforme descrito pela Lei de Bragg, sendo essencial na análise estrutural de sólidos. Além disso, a DRX possibilita análises microestruturais, como a determinação do tamanho médio dos cristalitos, avaliação de tensões residuais, grau de cristalinidade e identificação de defeitos na rede cristalina, aspectos fundamentais para compreender as propriedades físico-químicas dos materiais. De acordo com Neumann (2011), a quantificação de fases por DRX é particularmente atrativa, por proporcionar resultados reprodutíveis e, sobretudo, representativos da composição mineralógica da amostra.

Segundo Bezzon (2024), a DRX é uma ferramenta versátil e não destrutiva, utilizada na identificação de fases cristalinas, determinação de parâmetros de rede e análise de microestrutura, sendo aplicável a materiais cristalinos, nanocristalinos e amorfos. Essa técnica

é amplamente empregada em diversas áreas, como ciência dos materiais, geociências, química e engenharia.

As análises de DRX deste estudo foram realizadas nas dependências da Universidade Federal do Maranhão (UFMA), utilizando um difratômetro equipado com fonte de radiação de cobre ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 0,15418 \text{ nm}$ ), operando a uma voltagem de 40 kV e corrente de 35 mA. As varreduras foram conduzidas em um intervalo angular de  $2\theta$  variando de  $2^\circ$  a  $70^\circ$ , abrangendo a faixa adequada para a detecção das principais fases cristalinas presentes nas amostras. Os dados obtidos foram posteriormente tratados com software específico, o X'Pert HighScore, que permite a identificação precisa das fases e a quantificação por meio do método de Rietveld. Este método permite modelar o padrão de difração, considerando as informações de estrutura cristalina, e ajustar os parâmetros para obter a melhor concordância com os dados experimentais, resultando na determinação da fração mássica de cada fase.

### 3.3.3 Fluorescência Raios-X (FRX)

A fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF, do inglês Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence), técnica presente em mais de 15.000 laboratórios ao redor do mundo, é amplamente utilizada na caracterização química de materiais sólidos e líquidos. Esse método baseia-se na incidência de um feixe de raios X sobre a amostra, provocando a emissão de radiação fluorescente, resultante das transições eletrônicas entre os níveis energéticos mais internos dos átomos constituintes.

A análise por WDXRF pode ser empregada tanto para fins qualitativos quanto quantitativos, uma vez que mede a intensidade dos raios X característicos emitidos por cada elemento químico presente na amostra. Esses elementos, ao serem excitados por partículas como elétrons, prótons, íons ou mesmo ondas eletromagnéticas geradas em aceleradores, emitem radiações específicas que permitem sua identificação e quantificação com elevada sensibilidade e precisão (SANTOS *et al.*, 2013).

Dentre as principais vantagens da técnica WDXRF, destacam-se a alta resolução espectral, a capacidade de detectar elementos em ampla faixa de concentração (desde níveis de traço até percentuais elevados) e a não destruição da amostra. Além disso, o método requer preparação mínima da amostra e possui boa reprodutibilidade analítica (Zhou *et al.*, 2021).

A caracterização química por fluorescência de raios X foi realizada no Instituto Federal do Piauí – Campus Teresina Central, conforme ilustrado na Figura 17.

Figura 17- Espectômetro de fluorescência de raios X.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.3.4 Análise de Plasticidade

Foi determinada a plasticidade da massa argilosa coletada através dos limites de Atterberg, limite de liquidez (LL) de acordo com o normativo NBR 6459 (2016) e limite de plasticidade (LP), de acordo com a NBR 6718 (2016) da ABNT. O limite de liquidez corresponde à quantidade máxima de água que pode ser adicionada à argila sem que esta perca a capacidade de ser moldada foi utilizado o Aparelho Casagrande, modelo manual com contador de golpes da engetotus, Figura 18. O limite de plasticidade representa o total de água que pode ser adicionado à massa de forma que esta consiga ser conformada segundo determinada geometria. O índice de plasticidade é obtido através da equação 1, abaixo:

$$IP = LL - LP \quad \text{Equação (1)}$$

Na Tabela 2 é apresentada a classificação proposta CAPUTO (2022) e adotada neste trabalho para classificação das amostras seguindo o valor de IP apresentado por elas.

Tabela 2 - Qualificação quanto à plasticidade tomando como referência o valor do índice de plasticidade.

| IP      | Classificação         |
|---------|-----------------------|
| IP>15   | Altamente plástico    |
| 7<IP<15 | Medianamente plástico |
| 1<IP<7  | Fracamente plástico   |
| IP=0    | Não plástico          |

Fonte: Adaptado de CAPUTO (2022).

Figura 18- Aparelho de Casagrande



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.4 TÉCNICAS TERMO ANALÍTICAS

#### 3.4.1 Análises Termogravimétricas (TGA) e Análise de Termogravimetria Derivada (DTG)

Para Garcia, Caraschi e Ventorim (2016) as análises termogravimétricas (TGA) e sua termogravimetria derivada (DTG) são as técnicas com maior aplicação para investigação e comparação dos eventos. Esta técnica permite interpretar o comportamento de composição, determinar a estabilidade térmica do material, além de fornecer informações de quais faixas de temperatura ela é mais pronunciada.

Já para Denari e Cavalheiro (2012) a análise termogravimétrica pode ser definida como a técnica termoanalítica que acompanha a variação da massa da amostra (perda e/ou ganho de massa), em função da programação de temperatura. E a DTG, pode ser simplificada como um arranjo matemático, no qual a derivada da variação de massa em relação ao tempo ( $dm/dt$ ) é registrada em função da temperatura ou tempo. Desse modo, a DTG é a nada mais é do que a derivada primeira da TGA. A Figura 19 apresenta o aparelho utilizado no ensaio.

Figura 19 - Aparelho TGA-51H Shimadzu.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.5 MÉTODOS DE PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA CERÂMICOS

#### 3.5.1 Preparação dos corpos de prova

O processo para caracterização das matérias-primas inicialmente foi realizada a secagem do material em estufa por 24 horas e o destorroamento do material. Em seguida foram moídas a seco, separadamente, utilizando-se o moinho de bolas durante 24 horas, todas as matérias primas foram peneiradas, usando peneiras ABNT de 200 mesh (0,075mm).

Em seguida as amostras foram umidificadas, foi adicionado água até atingir o percentual de 10 % de umidade da massa, foram testadas outros percentuais de umidade (5% e 15%), mas a que apresentou melhor trabalhabilidade foi o percentual de 10%.

Depois da granulação, as amostras foram armazenadas em sacos plásticos vedados para que não houvesse perda de umidade e permaneceram por 24 horas em descanso para, posteriormente, iniciar o processo de compactação. Esse intervalo de tempo possui como objetivo dar uma melhor homogeneização e umidificação à massa cerâmica.

Cada corpo de prova foi produzido com quinze gramas para cada amostra e 10% do

peso em água para umedecer o material e facilitar sua compactação tal padronização da quantidade de massa se faz necessário para adquirir uma uniformização na espessura.

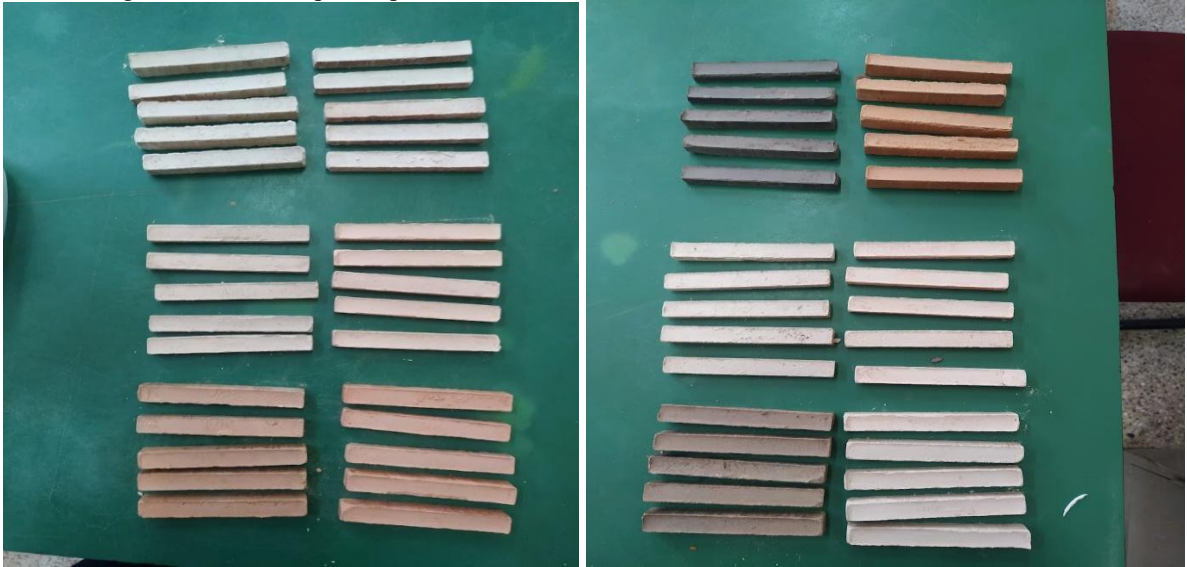
Figura 20 - matriz uniaxial metálica.



Fonte: Autoria própria, 2025.

O processo de confecção dos corpos de prova foi realizado através de uma matriz uniaxial metálica com dimensões de 80 x 10 x 10 mm conforme apresenta a Figura 20. Para o processo de prensagem, utilizou-se uma prensa hidráulica de marca Schulz modelo PHS 15t, com capacidade máxima de 15 toneladas (figura 21). A pressão de compactação utilizada foi de 35 MPa. Em seguida, os corpos de prova foram colocados em uma estufa por um período de 24 horas sob uma temperatura de 100°C para retirar a umidade das amostras.

Figuras 21 e 22- corpos de provas sintetizados.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.5.2 Processo de Sinterização dos Corpos de Prova

A sinterização do material foi realizada usando um forno elétrico JUNG modelo LF 10014, conforme o modelo apresentado na Figura 23 abaixo. No total foram confeccionados 80 corpos de prova. Desse total 60 (sessenta) para as duas temperaturas de sinterização (900°C e 1000°C) e 20 (vinte) para serem usadas como contraprova ou na substituição em caso de problemas nas etapas de sinterização.

Figura 23- Forno usado para sinterização das amostras.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Em cada temperatura, foram sinterizadas 5 (cinco) amostras, totalizando 30 (trinta) por temperatura de sinterização. A sinterização dos corpos de prova se deu sem atmosfera protetora com taxa de aquecimento de 10°C/min e isoterma de 30 minutos. O resfriamento das peças ocorreu de forma natural, até alcançar a temperatura ambiente conforme apresenta a figura 24.

Figura 24- Corpos de prova após a queima.



Fonte: Autoria própria, 2025.

### 3.6 ENSAIOS TECNOLÓGICOS

Após a realização da queima, foi avaliado as propriedades de cada produto final, os corpos de prova de cada formulação foram avaliados em uma análise macroestrutural (AM) e propriedades técnicas como: perda ao fogo (PF); absorção de água (AA); porosidade aparente (PA); massa específica aparente (MEA); retração linear de queima (RLQ); tensão de ruptura à flexão em três pontos (TRF).

#### 3.6.1 Análise de Perda ao Fogo (PF)

A análise de perda ao fogo faz-se necessário pesar o corpo de prova antes e depois de sintetizá-lo. A determinação da PF é feita com amostras que apresentam peso constante após secagem a 110°C e os resultados são expressos em % de perda em relação à massa da amostra seca (110°C). Os resultados do ensaio foram determinados através da equação( 2).

$$PF\% = \left( \frac{P_v - P_s}{P_s} \right) \times 100 \text{ Equação( 2).}$$

Onde:

PF = Perda ao Fogo (%);

Pv = Perda ao fogo não sinterizado (g);

Ps = Perda ao fogo após a sinterização (g).

### 3.6.2 Análise de Absorção de Água (AA)

A análise de absorção de água consiste entre a diferença do peso seco do corpo de prova (Ps) e o peso úmido (Pu). Para determinar a absorção de água, os corpos de prova foram pesados e logo em seguida colocados em uma vasilha com água. Após o período de 24 horas, as amostras foram retiradas e pesadas novamente. O resultado é dado em porcentagem, após aplicação da equação (3).

$$AA\% = \frac{(Pu \times Ps)}{Ps} \times 100 \quad \text{Equação (3).}$$

Onde:

AA% = Absorção de Água (%);

Pu = Peso Úmido (g);

Ps = Peso Seco (g).

### 3.6.3 Análise de Retração Linear (RL)

O ensaio de retração linear (RL) consiste em medir as dimensões dos corpos de prova verde (L0) e os corpos de prova após o processo de sinterização (Lf). Para determinação da Retração Linear (RT) dos corpos de prova se utiliza a equação (4).

$$RL\% = \frac{(L0 - Lf)}{L0} \times 100 \quad \text{Equação (4).}$$

Onde:

RL% = Retração Linear (%);

L0 = Comprimento do corpo de prova verde (mm);

Lf = Comprimento do corpo de prova sinterizado (mm).

### 3.6.4 Análise de Porosidade Aparente (PA)

A porosidade aparente (PA%) consiste em identificar a quantidade de poros abertos em relação ao volume das amostras sinterizadas. Os corpos de prova foram pesados, secos, úmidos e imersos em água. A Porosidade Aparente foi calculada utilizando-se da Equação (5).

$$PA\% = \frac{(Mu - Ms)}{(Mu - Mi)} \times 100 \quad \text{Equação (5)}.$$

Onde:

PA% = Porosidade Aparente (%);

Mu = Corpo de Prova Úmido (g);

Ms = Corpo de Prova Seco (g);

Mi = Corpo de Prova Imerso (g).

### 3.6.5 Análise de Massa Específica Aparente (MEA)

Os dados da massa específica aparente (MEA) foram determinados pela Equação (6). Neste caso, foi usada a massa (ms) pelo volume (mu-mi), conforme determina a norma ASTM C 373-97.

$$MEA(g/cm^3) = \frac{ms}{(mu - mi)} \quad \text{Equação (6)}.$$

Onde:

MEA = g/cm<sup>3</sup>

Ms = massa seca (g);

Mu = Massa úmida (g);

Mi = Massa imersa (g).

### 3.5.6 Módulo Resistência à Flexão (MRF)

A tensão de ruptura à flexão refere-se à resistência do material à flexão simples pelo método dos três pontos, segundo o método proposto por VICAT. Para a medida desta propriedade, foi utilizada uma máquina de ensaios universal, modelo AG – I 250KN, da Shimadzu, operando a uma velocidade de 0,5 mm/min, a fim de se obter maior precisão dos resultados conforme o método proposto pela norma ASTM D 790/1986.

Os corpos-de-prova serão medidos nas três dimensões e ensaiados pela máquina de ensaios universais. Para obtenção dos resultados, foram realizados ensaios em cinco corpos de prova para cada uma das formulações, sendo que o valor final foi dado pela média aritmética

desses valores. Os cálculos serão efetuados automaticamente pelo software Trapezium 1.14, da Shimadzu. Determina-se o valor segundo a equação (7) abaixo:

$$MRF (kgf/cm^2) = \frac{3PL^2}{bh^2} \text{ Equação (7).}$$

Onde:

MRF = Tensão de Resistência à Flexão (Kgf/cm<sup>2</sup>);

P = Carga obtida no momento de ruptura dos corpos de prova (Kgf/cm<sup>2</sup>);

L = Distância de apoio entre os corpos de Prova (Kgf/cm<sup>2</sup>);

b = Largura do corpo de prova no local da ruptura (cm);

h = Altura do corpo de prova no local da ruptura (cm).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, serão apresentados os resultados das análises de caracterização dos materiais de partida através dos ensaios físico-químicos e tecnológicos de caracterização são discutidos.

### 4.1 ANÁLISES DE CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

#### 4.1.1 Análise granulométrica de caulim

As análises granulométricas realizadas nas amostras de caulim provenientes de Floriano (CFL) Caxias (CCX1, CCX2 e CCX3) e Palmeirais (Branco e Rósea) evidenciaram variações significativas na distribuição das partículas, com predominância de frações finas a médias, característica esperada para caulins. As Figuras 25,26,27,28,29 e 30 a seguir demonstram os resultados.

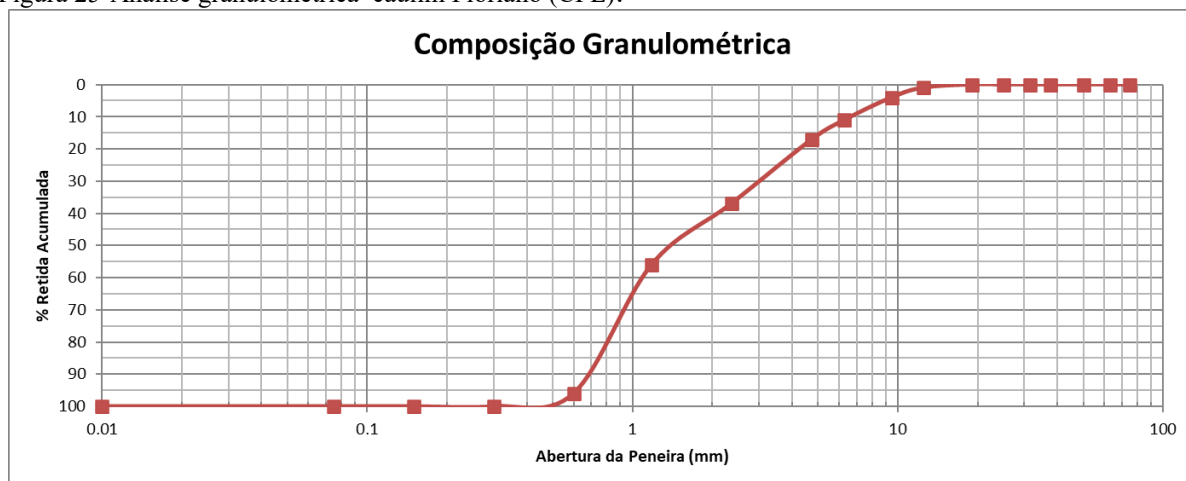
A amostra de Floriano apresentou ampla faixa de partículas ( $<0,1$  mm a 10 mm), com mais de 90% retida na peneira de 600  $\mu$ m, sendo classificada como areia fina ( $D_{m\acute{a}x} = 9,5$  mm; módulo de finura = 4,1). Já o caulim de Caxias CCX1 mostrou maior concentração de partículas finas ( $D_{m\acute{a}x} = 12,5$  mm; módulo de finura = 2,86), o que o torna adequado para aplicações que requerem elevada finura, como revestimentos cerâmicos e papel. Em contrapartida, o Caxias CCX2 apresentou comportamento mais grosseiro, com elevada retenção nas peneiras de 10 mm e 4,75 mm ( $D_{m\acute{a}x} = 12,5$  mm; módulo de finura = 4,97), sendo classificado como mistura de areia grossa com pedregulho fino. O Caxias CCX3 apresentou predominância de partículas médias ( $D_{m\acute{a}x} = 12,5$  mm; módulo de finura = 2,68), com apenas 8% retido na peneira de 4,75 mm, revelando um perfil adequado para produtos que demandam uniformidade granulométrica.

Nas amostras de Palmeirais, o material Branco apresentou granulometria semelhante à do CCX2, mas com maior proporção de finos ( $D_{m\acute{a}x} = 12,5$  mm; módulo de finura = 3,68), classificando-se como areia média. Já o material Rósea revelou-se ainda mais fino, com apenas 13% retido na peneira de 10 mm ( $D_{m\acute{a}x} = 12,5$  mm; módulo de finura = 3,08), também caracterizado como areia média.

De modo geral, as amostras variaram de areia fina a média, com predominância de partículas finas em Caxias CCX1 e Floriano, enquanto Caxias CCX2 e Palmeirais apresentaram comportamento mais grosseiro. Essa diversidade granulométrica sugere potenciais aplicações

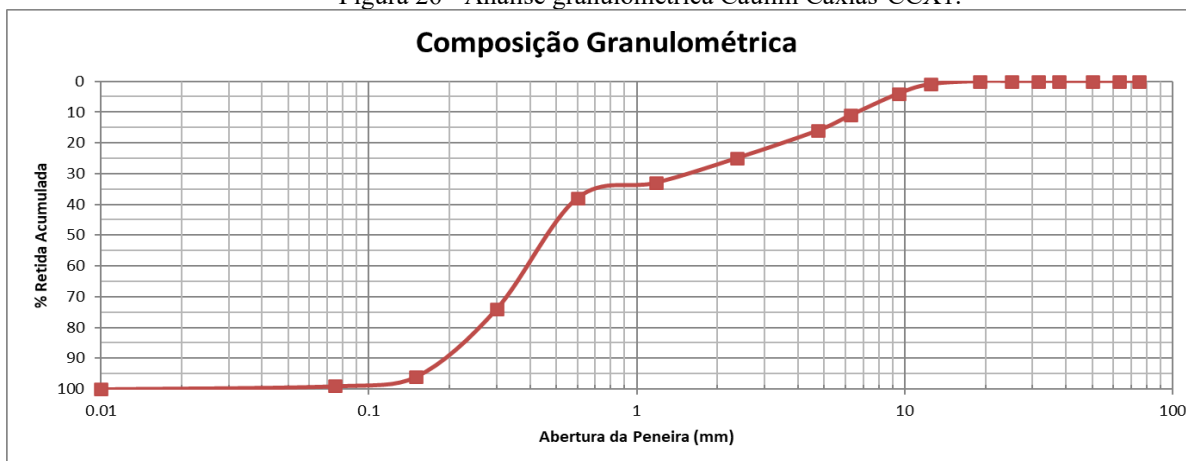
diferenciadas: os materiais mais finos em revestimentos cerâmicos, papel e tintas, e os mais grossos em produtos cerâmicos não estruturais que tolerem granulometrias mais abertas.

Figura 25-Análise granulométrica caulim Floriano (CFL).



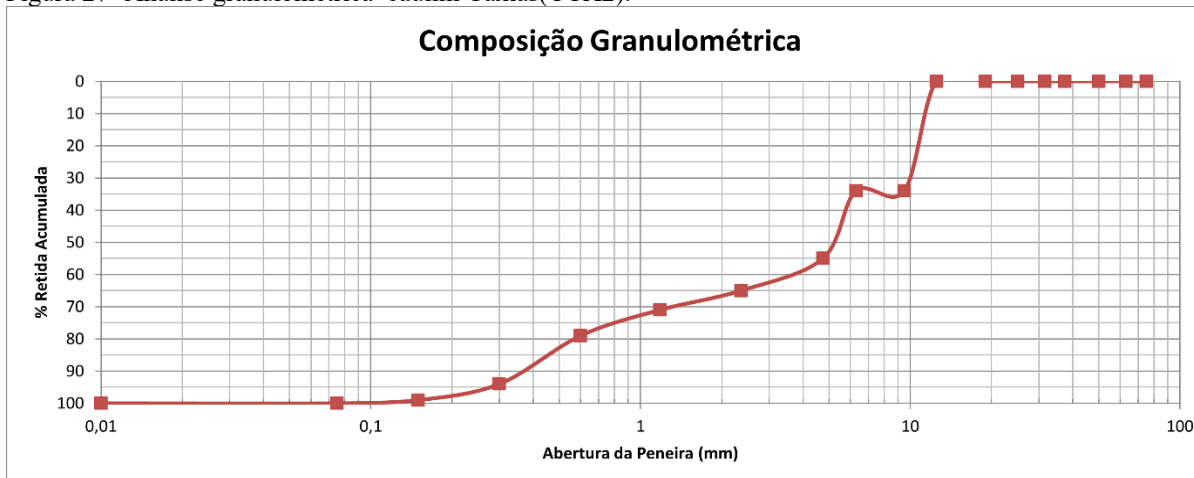
Fonte: Autoria própria, 2025

Figura 26 - Análise granulométrica Caulim Caxias-CCX1.



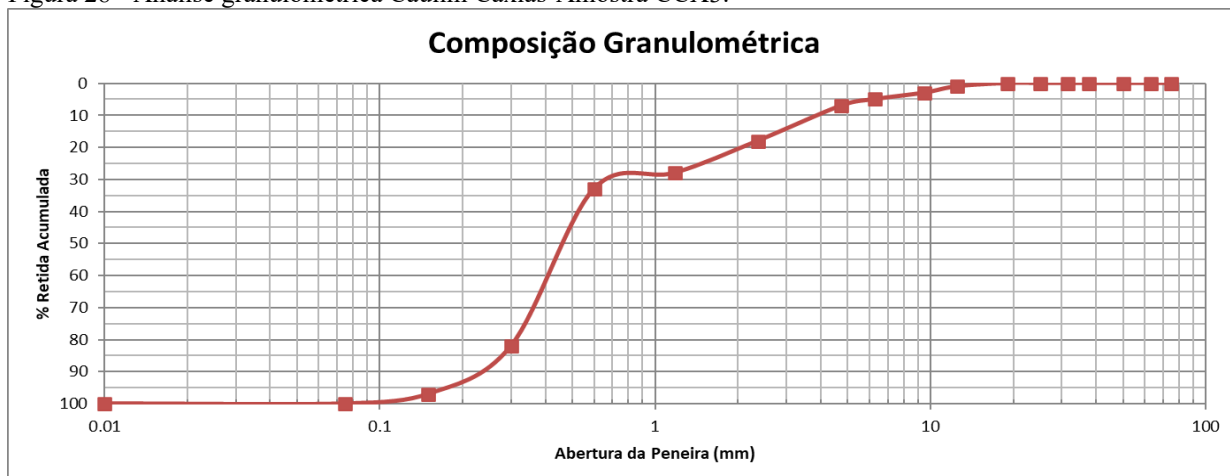
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 27 -Análise granulométrica caulim Caxias(CCX2).



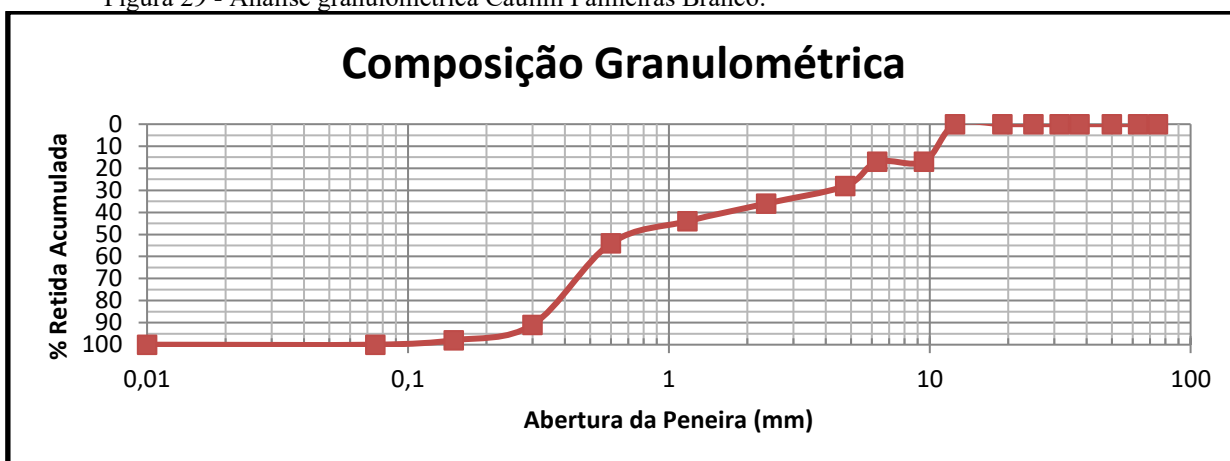
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 28 - Análise granulométrica Caulim Caxias-Amostra CCX3.



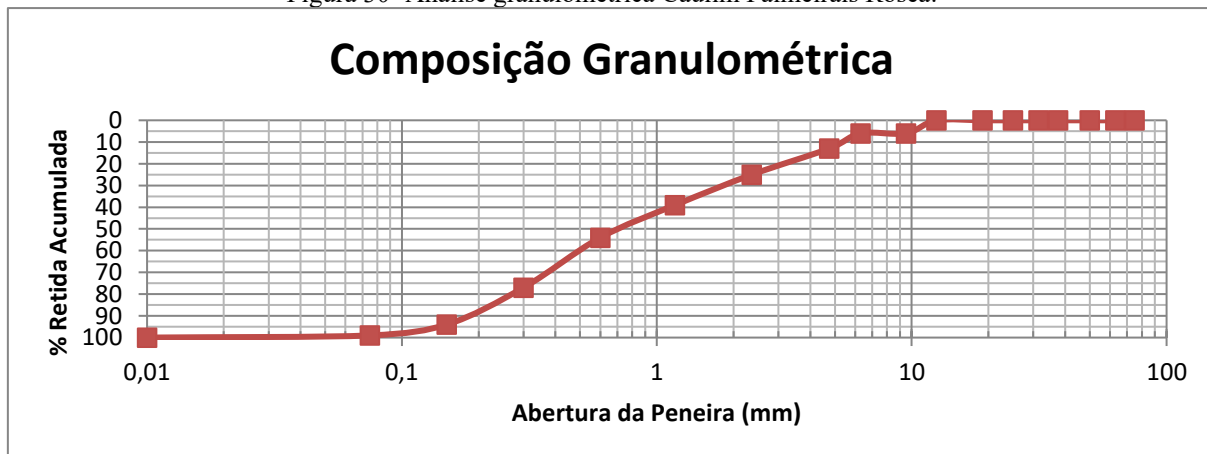
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 29 - Análise granulométrica Caulim Palmeiras Branco.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 30- Análise granulométrica Caulim Palmeiras Rósea.



Fonte: Autoria própria, 2025.

#### 4.1.2 Índice de Plasticidade

Após a conclusão dos ensaios de limite de liquidez e plasticidade, o índice de plasticidade (IP) foi calculado. A Tabela 3 apresenta os valores de limite de plasticidade (LP), liquidez (LL) e índice de plasticidade (IP) das argilas.

As Tabelas a seguir mostram, respectivamente, os resultados dos ensaios de liquidez (LL) e do limite de plasticidade (LP) das amostras utilizadas neste trabalho, sendo essas variáveis necessárias para calcular o IP da argila conforme a Equação 1. A preparação do material foi realizada através do procedimento experimental disposto na norma ABNT NBR 6457/16 cada amostra passou pelo processo 5 vezes, conforme recomenda a norma. O ensaio foi realizado observando os parâmetros determinados pelas Normas da ABNT NBR 7180/16 e NBR 6459/16.

Tabela 3 – Resultados dos limites de liquidez, limite de plasticidade e índice da plasticidade da argila caulínica.

| Nome da cápsula | Limite de Liquidez (LL) | Limite de Plasticidade (LP) | Índice de Plasticidade (IP) |
|-----------------|-------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| CFL             | 43.47                   | 32.67                       | 10.80                       |
| CCX1            | 27.95                   | 26.07                       | 1.08                        |
| CCX2            | 16.36                   | 15.72                       | 0.64                        |
| CCX3            | 21.43                   | 17.69                       | 3.74                        |
| CPB             | 18.65                   | 16.52                       | 2.13                        |
| CPR             | 28.98                   | 17.49                       | 11.49                       |

Fonte: Autoria própria, 2025.

Após análise das amostras das argilas caulínicas foi possível chegar aos seguintes resultados. As amostras CCX1, CCX2, CCX3 e CPB apresentaram pouca plasticidade, levando-se em consideração os baixos Índices de plasticidades, as amostras de Caxias CCX1, CCX2 e CPB apresentaram 1,08; 0,64; 3,74 para IP respectivamente, e a de Palmeirais CPB um IP de 2,13. Foi possível concluir que essas amostras não têm boa plasticidade, uma vez que quanto maior for o IP, mais plástico é o material, pois o mesmo é função da quantidade e do tipo de argila.

De acordo com os intervalos de classificação de argilas de Caputo (2022), as argilas estudadas podem ser classificadas como fracamente plásticas, pois têm IP menor que 7, esse caráter relaciona-se intimamente com os resultados apresentados na granulometria que

classificaram o percentual considerável de areia.

De acordo com Sales júnior (2008) em termos de aplicação industrial, as amostras classificadas como não plásticas podem ser usadas como reguladoras de plasticidade na massa cerâmica, sendo indicada para mistura com argilas que apresentam alta plasticidade

Observa-se CCX1 e CPR podem ser classificadas como medianamente plásticas, com IP menor que 15. A amostra de Palmeirais CPR apesar de apresentar um IP de 10,80% teve baixos teores de LP 17,49% e LL 28,98%. No entanto, as amostras de Floriano CFL, LP 32,67% e LL 43,47%. Segundo Motta *et al.*, (1993) as argilas brasileiras, de Oeiras-PI e São Simão-SP, utilizadas como referência no estudo para aplicação industrial como cerâmica branca possuem o limite de plasticidade entre 31,4% e 32,9% valores que se assemelham ao encontrado na amostra de Floriano e é maior na amostra de Caxias.

#### 4.1.3 Análise da fluorescência de raios – X

O resultado da fluorescência de raios - X do resíduo de caulim encontra-se na Tabela 4.

Tabela 4 – Análise de fluorescência de raios – X.

| AMOSTRA(%) | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | K <sub>2</sub> O | TiO <sub>2</sub> | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | ZrO <sub>2</sub> | CaO  |
|------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|------------------|-------------------------------|------------------|------|
| CFL        | 64.60            | 29.30                          | 2.25                           | 2.04             | 1.59             | 0.5                           | -                | -    |
| CCX1       | 69.48            | 27.50                          | 0.90                           | 0.49             | 1.27             | 0.15                          | 0.11             | -    |
| CCX2       | 63.87            | 28.04                          | 4.46                           | 1.26             | 1.85             | 0.21                          | 0.13             | 0.18 |
| CCX3       | 75.77            | 20.71                          | 0.71                           | -                | 2.68             | 0.19                          | 0.23             | 0.11 |
| CPB        | 65.50            | 31.76                          | 0.79                           | 0.38             | 1.12             | 0.14                          | 0.14             | 0.17 |
| CPR        | 65.48            | 31.33                          | 1.64                           | 0.43             | 0.79             | -                             | 0.08             | 0.11 |

Fonte: Autoria própria, 2025- *Correspondência amostras: CFL = (Floriano-PI); CCX1 = (Caxias-MA); CCX2 = (Caxias-MA); CCX3 = (Caxias-MA); CPB = (Palmeirais-PI); CPR = 6 (Palmeirais-PI)*

A Tabela 4 apresenta os teores dos principais óxidos presentes nas amostras, obtidos por fluorescência de raios X (FRX). Observa-se a predominância de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> em todas as amostras, corroborando os resultados obtidos por DRX quanto à presença marcante de caulinita e quartzo. Observou-se em todas amostras valores acima de 60% para SiO<sub>2</sub>, no entanto, apresentaram baixos valores de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esses valores se distanciam dos especificados na literatura, dos valores teóricos, que são de 39,50% m/m de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 46,55% m/m de SiO<sub>2</sub> (ARAÚJO, 2014).

Uma pesquisa realizada por Wilson (2007) que comparou a composição química de

diferentes caulins, caulim caulínítico (China), haloisítico (Inglaterra) e caulínítico/haloisítico (Nova Zelândia), pode comprovar que o caulim haloisítico possui um maior teor de SiO<sub>2</sub> (50%) e menor teor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (35%) quando comparado com o caulim caulínítico (SILVA *et al.*, 2011).

A presença significativa de SiO<sub>2</sub> pode indicar a inclusão de outros minerais silicatados, como quartzo ou feldspato, pode influenciar as propriedades físico-químicas do caulim, como a plasticidade, a reatividade e a capacidade de retenção de água o que pode afetar a cor do material, os sais solúveis podem afetar propriedades físicas como a viscosidade, e a presença de quartzo no caulim, por exemplo, faz mudar sua abrasividade (WILSON, 2007).

Os argilominerais são os minerais típicos das argilas. Do ponto de vista químico, eles são silicatos hidratados de alumínio ou magnésio, podendo incluir outros elementos como ferro, potássio e lítio em algumas variedades. Estes minerais conferem às argilas uma ampla gama de propriedades e características físico-químicas. Os principais grupos de argilominerais incluem caulinita, ilita, montmorilonita, haloisita, cloritas e esmectitas, sendo a caulinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub> a forma mais simples de argila encontrada na natureza (ZANINI, 2014).

As amostras apresentaram uma soma média dos percentuais de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 96,93%, superando o valor mínimo de 70% estabelecido pela ABNT NBR 12653 (2014) para materiais com propriedades pozolânicas. Destacam-se as amostras de Palmeirais CPB e CBR, que mostraram 98,05% e 98,45%, respectivamente.

As amostras CFL, CCX1e CCX2 apresentaram o teor máximo de potássio, com 0,48% m/m de K<sub>2</sub>O, o que indica a presença de material feldspático. Observa-se que as composições químicas das amostras CCX2 e CFL apresentaram elevadas quantidades de óxido de ferro, possuem coloração mais escura o que corrobora com o valor de 4,46% e 2,25% de ferro.

O teor elevado de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na amostra CCX2 reforça a presença de minerais de ferro, também observada nos difratogramas. Do ponto de vista tecnológico, argilas com altos teores de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e baixos teores de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> são preferidas para a fabricação de produtos cerâmicos de coloração clara (SOUZA SANTOS, 2002). Da mesma forma, a maior concentração de TiO<sub>2</sub> na amostra CCX3 está de acordo com a identificação de anatásio nessa amostra. Esses resultados evidenciam a coerência entre os métodos mineralógico e químico na caracterização das argilas estudadas. Óxidos de ferro, de titânio e a mica, influenciam diretamente na cor e na alvura do caulim (MORAES, 2013).

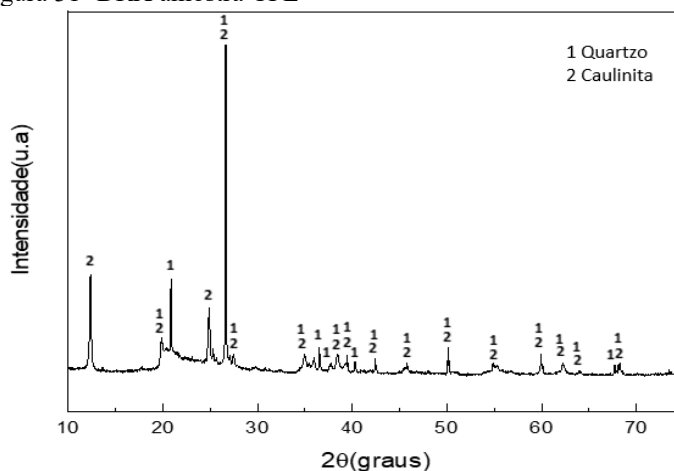
#### 4.1.4 Análise mineralógica

As fases cristalinas identificadas por difração de raios X nas amostras analisadas correspondem predominantemente à caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) e ao quartzo ( $\text{SiO}_2$ ). A caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) é o principal argilomineral responsável pela plasticidade das argilas, enquanto o quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) atua como componente não plástico e inerte durante a sinterização, contribuindo para a estabilidade dimensional das peças cerâmicas. (RACANELLI *et al.*, 2020).

As seis amostras apresentam como mineral dominante, a caulinita, compatível com ambientes de intensa lixiviação e alteração químicas. Os picos observados nas figuras 31 a 36 nos difratogramas estão em conformidade com os dados de composições químicas frequentemente relatadas para esse tipo de material, especialmente no que se refere à predominância dos óxidos de silício ( $\text{SiO}_2$ ) e de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), que são os constituintes estruturais da caulinita e do quartzo. Tal coerência entre as análises mineralógica e química apresentada anteriormente reforça a confiabilidade dos resultados, e indica a potencialidade das argilas estudadas para aplicações industriais.

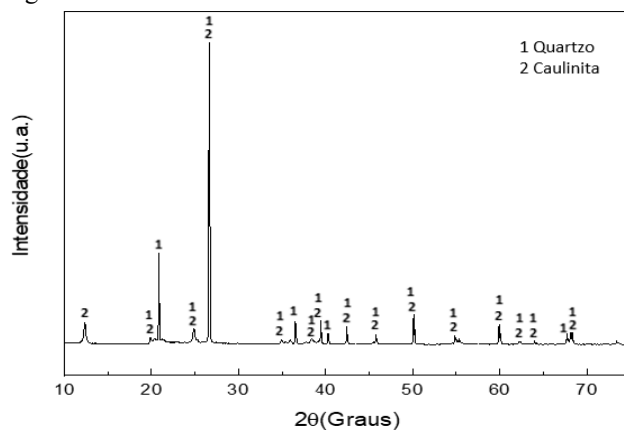
Os produtos cerâmicos convencionais, por exemplo, são compostos essencialmente por argilas e outras matérias-primas inorgânicas, como quartzo, feldspato e carbonatos. No processo de fabricação, as matérias-primas são misturadas levando-se em consideração a influência de cada componente nas propriedades dos materiais finais portanto, o desempenho dos produtos finais, são caulins para plasticidade, sílica como enchimento e feldspato como agente fundente para diminuir a temperatura necessária para formar uma fase vítrea que promove a densificação( De OLIVEIRA *et al.*, 2022).

Figura 31- DRX amostra CFL



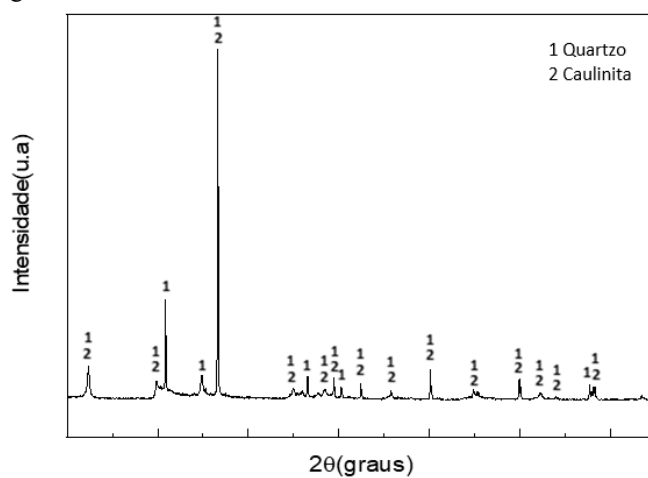
Fonte: Autoria própria, 2024.

Figura 32- DRX amostra CCX1.



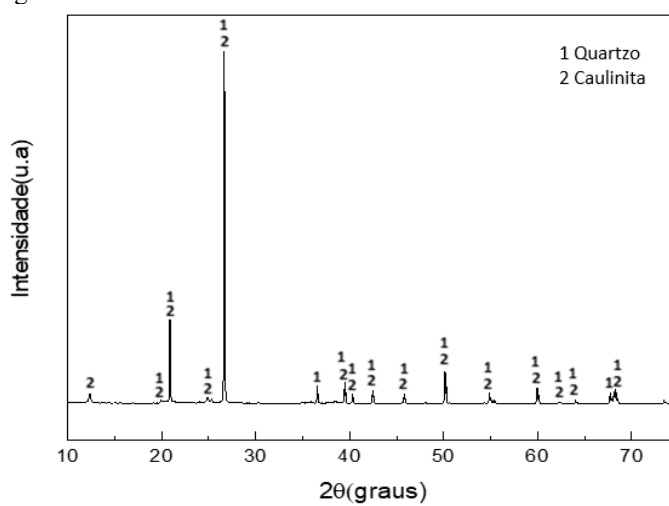
Fonte: Autoria própria, 2024.

Figura 33- DRX amostra CCX2.



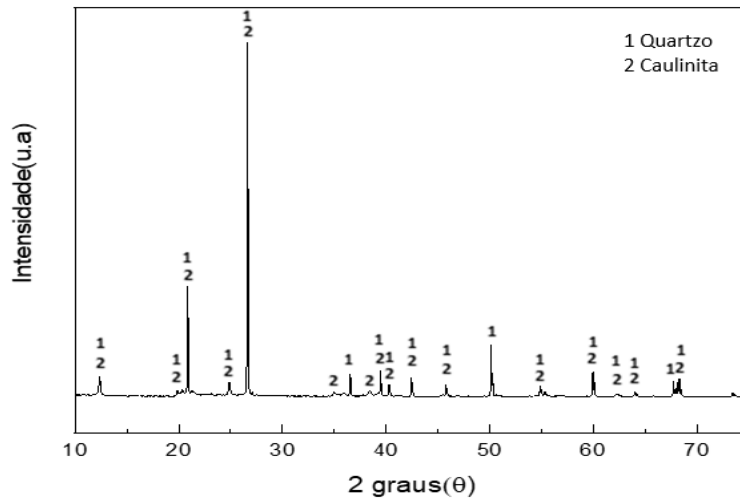
Fonte: Autoria própria, 2024.

Figura 34- DRX amostra CCX3.



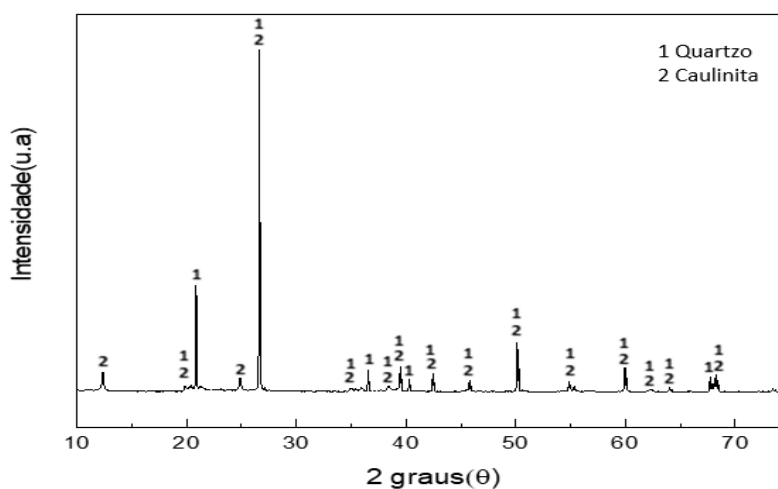
Fonte: Autoria própria, 2024.

Figura 35- DRX amostra CPB.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 36- DRX amostra CPR.



Fonte: Autoria própria, 2025.

#### 4.1.5 Análise térmica

As curvas TG/DTG das seis amostras de caulim revelam eventos térmicos característicos, associados à desidratação, desidroxilação e transformações de fase. A técnica foi utilizada por possibilitar identificar os teores de água livre dos materiais, e por determinar o teor de caulinita remanescente através da desidroxilação do composto que ocorre entre 400 – 700°C o teor para a desidroxilação de uma caulinita pura é de 13,76% de perda de massa que ocorre entre 450 – 700°C (SHVARMAN *et al.*, 2003) A Tabela 5 resume os principais dados extraídos das curvas:

Tabela 5– Resultados TG/DTG das amostras de caulim.

| Amostra | Origem          | Faixa de desidratação (°C) | Faixa de desidroxilação (°C) | Pico DTG (°C) | Perda total de massa (%) |
|---------|-----------------|----------------------------|------------------------------|---------------|--------------------------|
| CFL     | Floriano – PI   | 25–100                     | 400–600                      | 575,86        | ~13–14                   |
| CCX1    | Caxias – MA     | 25–80                      | 500–600                      | 574,06        | ~6                       |
| CCX2    | Caxias – MA     | 30–100                     | 480–630                      | 596,93        | ~9,5                     |
| CCX3    | Caxias – MA     | 25–90                      | 450–600                      | 569,55        | ~4                       |
| CPB     | Palmeirais – PI | -                          | 500–630                      | 592,92        | ~5,5–6                   |
| CPR     | Palmeirais – PI | -                          | 500–630                      | 592,75        | ~5,5–6                   |

Fonte: Autoria própria, 2025- *Correspondência entre amostras: CFL = (Floriano-PI); CCX1 = (Caxias-MA); CCX2 = (Caxias-MA); CCX3 = (Caxias-MA); CPB = (Palmeirais-PI); CPR = (Palmeirais-PI)*

A amostra de Florianópolis apresenta um comportamento térmico típico de um caulim relativamente puro. A faixa de desidroxilação, entre 400 e 600 °C, e o pico DTG próximo de 576 °C estão em conformidade com os valores reportados na literatura para a desidroxilação da caulinita (BRIGATTI *et al.*, 2016; SOUZA SANTOS, 1992). A perda de massa total (~13–14%) está dentro do esperado para caulins com elevada cristalinidade e pureza mineralógica, sugerindo baixa presença de impurezas como quartzo ou mica, que não perdem massa nessa faixa térmica. Caulins da região do Rio Capim (PA) apresentaram perdas de 12–14%, valores que se assemelham com este resultado. De acordo com o estudo de Souza (2019), através da termogravimetria é possível determinar o teor de caulinita remanescente pela desidroxilação que ocorre entre as temperaturas de 450 – 700°C.

Embora o pico DTG (574 °C) da amostra CCX1, permaneça dentro da faixa esperada para a caulinita, a perda de massa significativamente menor (~6%) sugere um conteúdo reduzido de caulinita e/ou maior presença de fases inertes (ex: quartzo). Essa hipótese é consistente com estudos de caulins da região leste maranhense realizados por Dantas *et al.*, (2014) que apontaram presença expressiva de impurezas minerais, reduzindo a expressividade da desidroxilação na curva TGA.

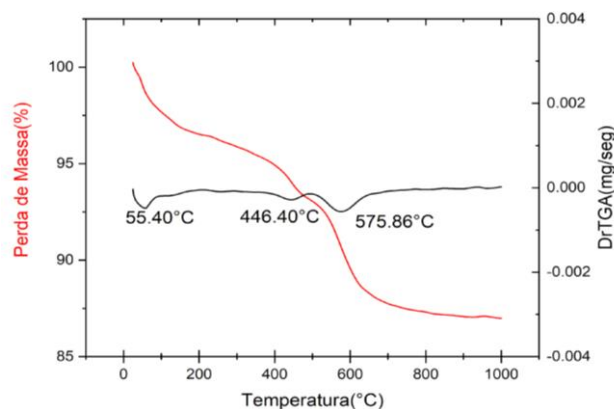
A faixa de desidroxilação mais ampla e o pico DTG mais elevado (597 °C) da amostra CCX2, podem indicar uma caulinita mais ordenada ou a presença de impurezas que influenciam a estabilidade térmica da estrutura, como óxidos de ferro e de de anatásio (TiO<sub>2</sub>), que podem impactar a coloração e a reatividade da argila quando calcinada. O ferro, em particular, pode ser um fator limitante para algumas aplicações cerâmicas e cimentícias, pois sua presença em

excesso pode comprometer a coloração do material final (CAMPOS *et al.*, 2018; Toledo *et al.*, 2003; Silva 2025). A perda de massa de (~9,5%) aponta para um teor moderado de caulinita. Comparando com a Amostra CCX1, nota-se uma melhora na qualidade mineralógica, o que pode refletir variações geológicas locais no depósito de Caxias.

O baixo teor de perda de massa total (~4%) e o pico DTG ligeiramente deslocado para temperaturas inferiores da amostra CCX3, indicam uma caulinita pobre em cristalinidade ou fortemente contaminada por minerais não cauliníticos (ex: mica, feldspato). Esse perfil é compatível com caulins considerados de baixa qualidade industrial, conforme categorização de (Souza Santos 2002; Shvarman *et al.*, 2003). Estudos com argilas de Caxias-Ma realizadas por Silva magalhães; Almeida; Gomes (2022) demonstraram picos de DTG em torno 550 °C reforçando a interpretação.

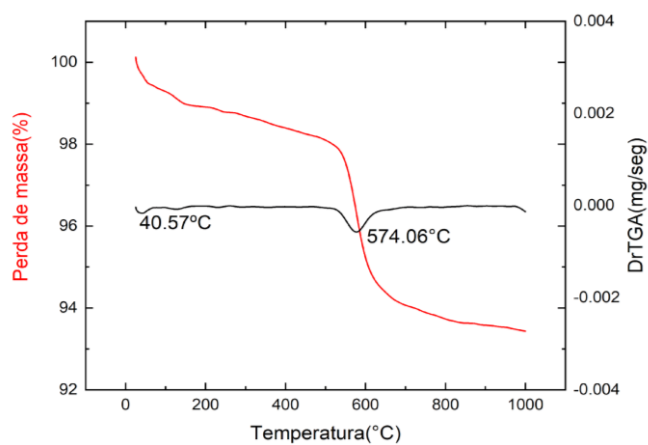
Por fim, as amostras de Palmeirais apresentaram uma ausência de um evento claro de desidratação, o que pode indicar baixa higroscopicidade das amostras, possivelmente relacionada à morfologia das partículas ou ao tempo de armazenamento antes da análise. Os picos DTG elevados (~593 °C) sugerem uma estrutura caulinítica relativamente bem ordenada, embora o teor de caulinita não seja alto, conforme indicado pela perda de massa moderada entre ~5,5–6%. Esses resultados corroboram os achados por Soares *et. al.*, (2014), que afirmam que a perda de massa da argila estudada em Campo-Maior no Piauí em torno de 3,5% era esperado devido as argilas ilíticas e destacaram a presença de impurezas minerais, apesar da boa estabilidade térmica da fração caulinítica presente. As figuras a seguir apresentam os resultados encontrados neste estudo.

Figura 37- Curva de termogravimetria do caulim CFL.



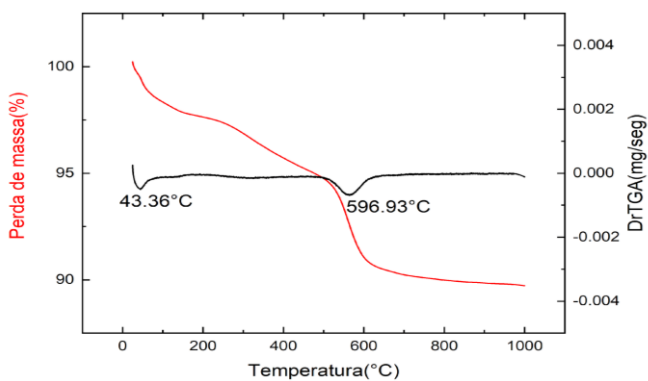
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 38- Curva de termogravimetria do caulim CCX1.



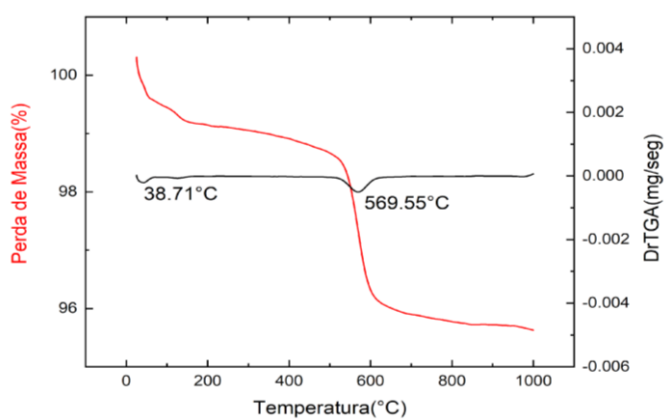
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 39- Curva de termogravimetria do caulim CCX2.



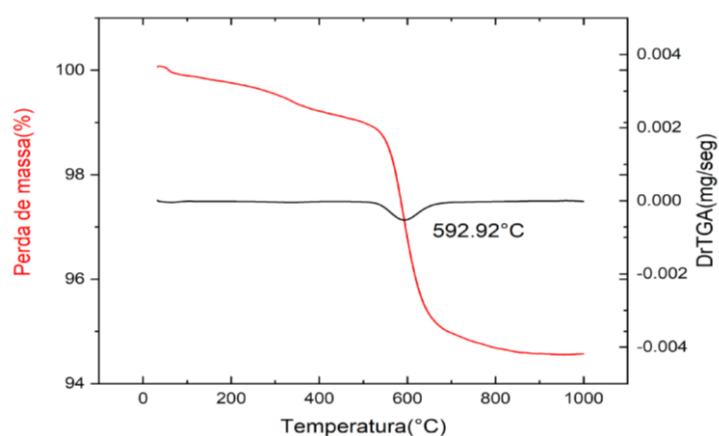
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 40- Curva de termogravimetria do caulim CCX3.



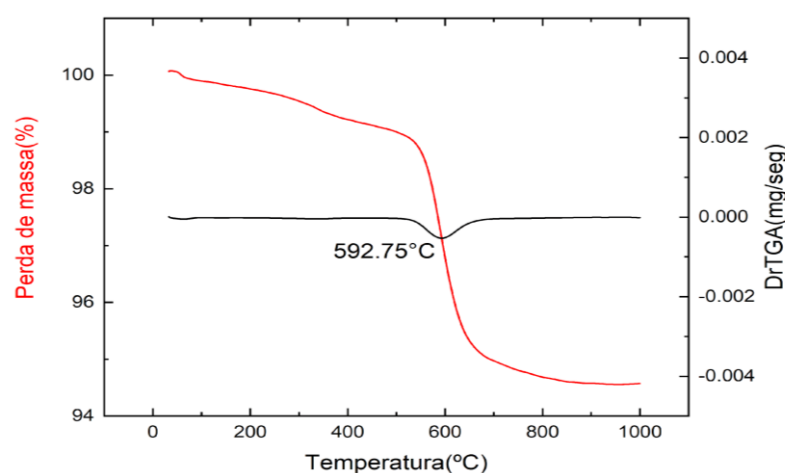
Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 41- Curva de termogravimetria do caulim CPB.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Figura 42- Curva de termogravimetria do caulim CPR.



Fonte: Autoria própria, 2025.

## 4.2 RESULTADOS ENSAIOS TECNOLÓGICOS

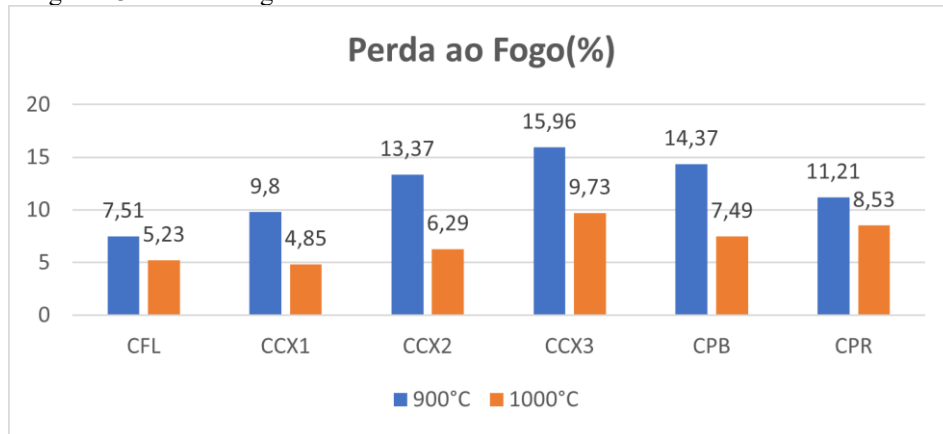
### 4.2.1 Perda ao Fogo

Observa-se redução da perda ao fogo (PF) em todas as amostras ao elevar a temperatura de 900 °C para 1000 °C, figura 43, tendência típica segundo estudiosos como Zewdie *et al.*, (2021) para caulins vitrificados indicando que a queima a 1000 °C promove maior eliminação de água e voláteis, estabilizando a massa.

Observa-se redução significativa de perda ao fogo e Absorção Aparente figuras 43 e 44 ao elevar a temperatura de 900 °C para 1000 °C, o que sugere maior eliminação de voláteis e fechamento de poros. Essa tendência é congruente com os achados de Monteiro (2017) no RN, que identificou queda expressiva dessas variáveis em caulins submetidos a sinterização que

relata perdas entre 5% e 15% em massas contendo caulim e resíduos industriais calcinados. Segundo Moraes (2007), caulins do RN apresentaram PF de até 14% a 950 °C, valor compatível com as amostras CCX2, CCX3 e CPB.

Figura 43-Perda ao fogo

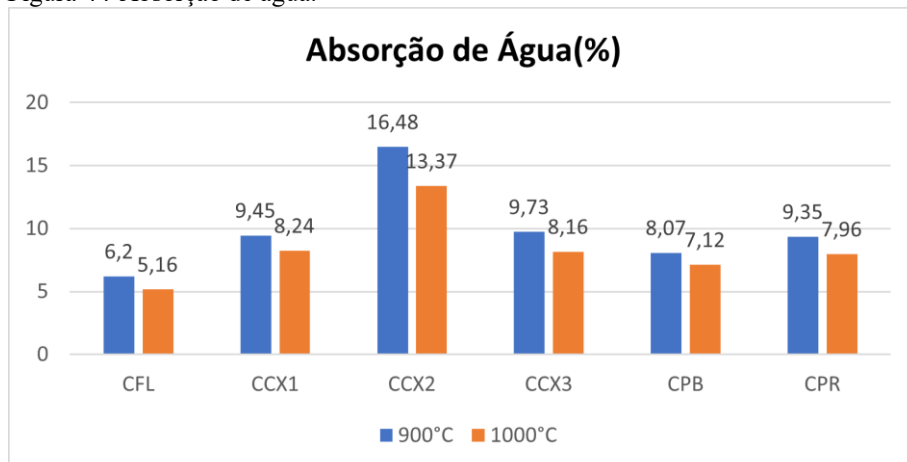


Fonte: Autoria própria, 2025.

#### 4.2.2 Absorção de Água

Os valores de Absorção de Água (AA) reduziram com o aumento da temperatura, indo de 9,85%–16,48% (900 °C) para 5,16%–13,37% (1000 °C). Isso reflete o fechamento de poros e início da vitrificação, fenômeno descrito por Ferreira & Santos (1973) em argilas cauliníticas do Nordeste. Marques & Araújo (2023) relatam absorções próximas de 10% para massas com caulim e a 1000 °C faixa semelhante à observada nas amostras CFL, CCX1 e CPR. A baixa absorção das amostras CFL e CCX1 a 1000 °C (5,16% e 8,24%) evidenciam potencial para revestimentos cerâmicos com baixa porosidade e maior impermeabilidade.

Figura 44-Absorção de água.

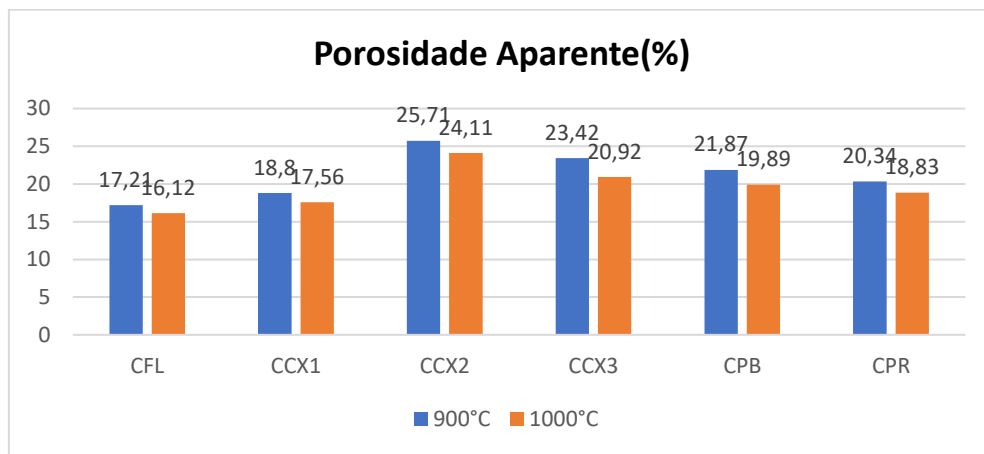


Fonte: Autoria própria, 2025.

### 4.2.3 Porosidade Aparente

A porosidade aparente (PA) variou de 17% a 26% (900 °C) e caiu até 16% a 24% (1000 °C). Essa redução está de acordo com os resultados de Andrade *et al.*, (2009), que verificaram redução da PA, figura 45, com aumento de temperatura em resíduos de caulim aplicados a cerâmicas de revestimento. Anjos *et al.*, (2010), estudando caulim do Pará, relataram PA média de 30% em massas sinterizadas a 950 °C, superior às encontradas neste estudo. As amostras CCX2 e CCX3, mesmo a 1000 °C, mantêm alta porosidade (>20%), podendo limitar sua aplicação em cerâmicas de alta densidade.

Figura 45- porosidade aparente.

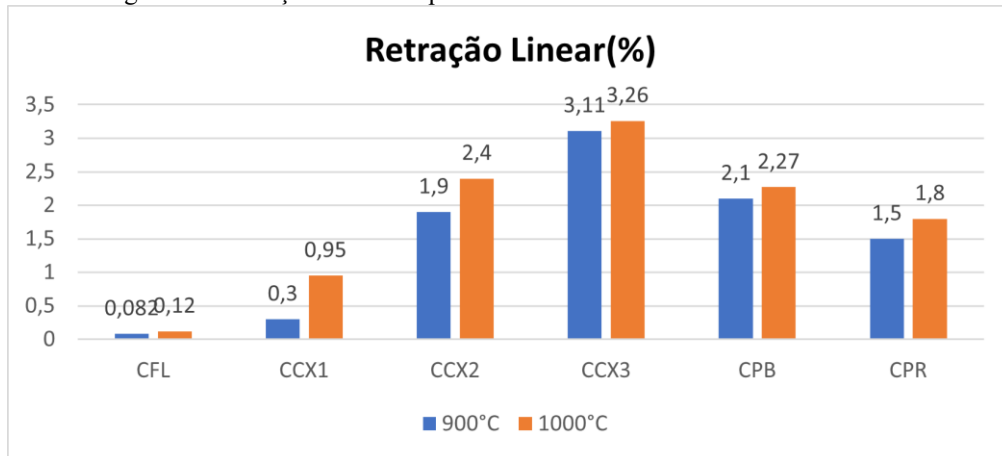


Fonte: Autoria própria, 2025.

### 4.2.4 Retração linear

A retração linear figura 46, apresentou grande variação: 0,08%–3,11% (900 °C) e até 3,26% (1000 °C). Essa retração está fortemente associada à formação de fase vítrea e queima de partículas finas. Andrade *et al.*, (2009) observaram valores semelhantes (2%–3,5%) em resíduos de caulim no RN. No entanto, valores muito elevados (>3%) podem indicar risco de trincas como nas amostras CCX3 e CPB a 1000 °C. As amostras CFL e CCX1 têm retração muito baixa, conferindo maior estabilidade dimensional após queima ideal para revestimentos e blocos.

Figura 46- Retração linear de queima.

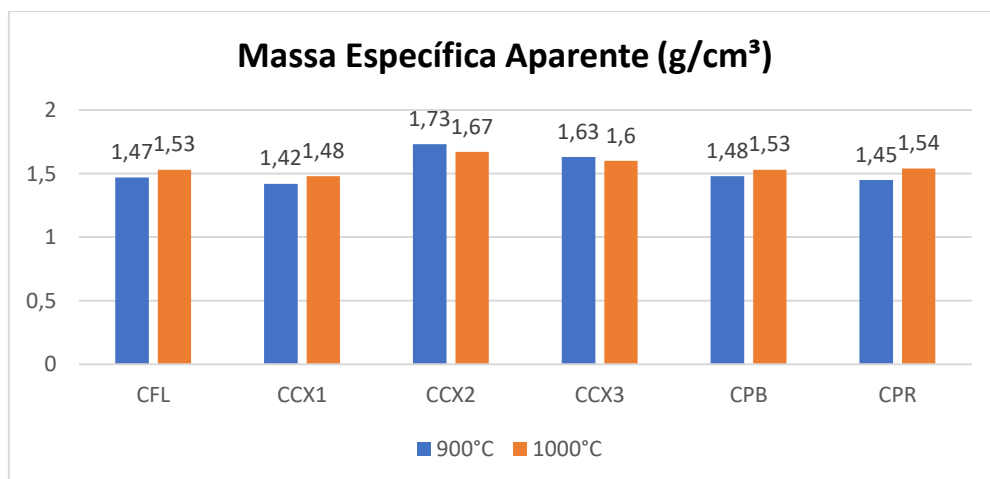


Fonte: Autoria própria, 2025.

#### 4.2.5 Massa Específica Aparente

A Massa específica aparente (MEA), figura 47 aumentou com a temperatura em quase todas as amostras, de cerca de 1,42–1,73 g/cm<sup>3</sup> (900 °C) para até 1,67–1,60 g/cm<sup>3</sup> (1000 °C), resultado típico de sinterização eficaz e retração de poros. Segundo Moraes (2007), valores entre 1,50 e 1,70 g/cm<sup>3</sup> são ideais para cerâmicas de média densidade. As amostras CCX2 e CCX3 superam essa média, indicando bom grau de empacotamento das partículas após sinterização. MEA acima de 1,60 g/cm<sup>3</sup> como exemplo a amostra CCX2, sugere maior densificação e resistência potencial adequada para aplicações estruturais leves.

Figura 47- Massa específica aparente.



Fonte: Autoria própria, 2025.

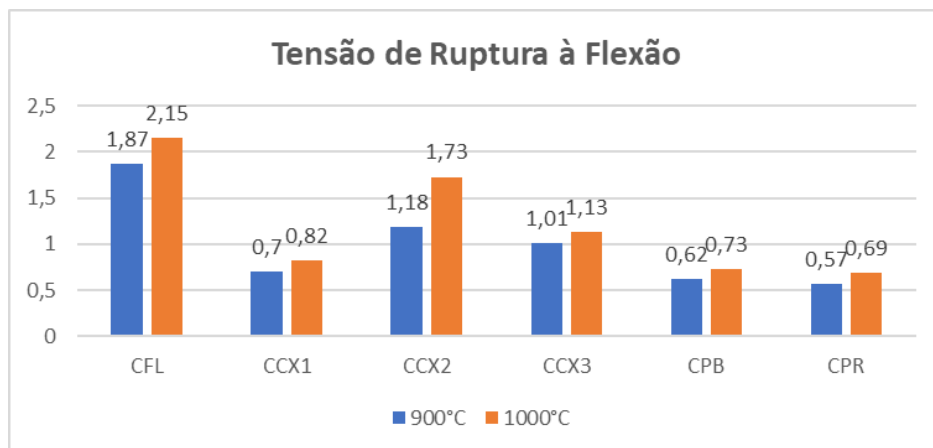
#### 4.2.6 Tensão de Ruptura à Flexão

A Tensão de Ruptura à Flexão (TRF) das amostras variou de forma significativa entre as temperaturas de 900 °C e 1000 °C. Os valores ficaram entre: 0,57 a 1,87 kgf/cm<sup>2</sup> a 900 °C e 0,62 a 2,15 kgf/cm<sup>2</sup> a 1000 °C.

Embora o aumento da temperatura tenha promovido melhoria dos valores de TRF em todas as amostras, os níveis observados são considerados baixos para aplicações estruturais, segundo os critérios estabelecidos por Andrade et al. (2009) e Moraes (2007), que indicam valores acima de 5 kgf/cm<sup>2</sup> como desejáveis para cerâmica de revestimento de média resistência. A amostra CFL (Floriano) apresentou os melhores desempenhos relativos: 1,87 kgf/cm<sup>2</sup> (900 °C) → 2,15 kgf/cm<sup>2</sup> (1000 °C) pode-se observar na figura 48.

Outras amostras, como CCX3 e CCX2, também apresentaram evolução mecânica, mas ainda insuficiente frente aos padrões industriais. Em contraste, amostras como CPB e CPR atingiram  $TRF \leq 0,76$  kgf/cm<sup>2</sup>, sugerindo baixa coesão entre partículas, possivelmente devido à granulometria inadequada ou presença de impurezas não plásticas. Essa baixa resistência pode estar relacionada à ausência de fundentes suficientes (como feldspato ou óxidos alcalinos) nas composições analisadas, o que limita a formação de fases vítreas, conforme apontado por Monteiro (2017) e Marques & Araújo (2023). A tabela 6 apresenta o resumo dos valores encontrados neste estudo.

Figura 48- Tensão de Ruptura à Flexão.



Fonte: Autoria própria, 2025.

Tabela 6- Características dos corpos de prova das amostras do meio-norte nordestino.

| Amostra | Temp. (°C) | PF (%) | AA (%) | PA (%) | MEA (g/cm <sup>3</sup> ) | RL (%) | TRF (kgf/cm <sup>2</sup> ) | Cor          |
|---------|------------|--------|--------|--------|--------------------------|--------|----------------------------|--------------|
| CFL     | 900        | 7,51   | 6,20   | 17,21  | 1,47                     | 0,082  | 1,87                       | Cinza escura |
|         | 1000       | 5,23   | 5,16   | 16,12  | 1,53                     | 0,12   | 2,15                       |              |
| CCX1    | 900        | 9,8    | 9,45   | 18,80  | 1,42                     | 0,3    | 0,70                       | Branca       |
|         | 1000       | 4,85   | 8,24   | 17,56  | 1,48                     | 0,95   | 0,82                       |              |
| CCX2    | 900        | 13,37  | 16,48  | 25,71  | 1,73                     | 1,9    | 1,18                       | Cinza claro  |
|         | 1000       | 6,29   | 13,37  | 24,11  | 1,67                     | 2,4    | 1,73                       |              |
| CCX3    | 900        | 15,96  | 9,73   | 23,42  | 1,63                     | 3,11   | 1,01                       | Branca       |
|         | 1000       | 9,73   | 8,16   | 20,92  | 1,60                     | 3,26   | 1,13                       |              |
| CPB     | 900        | 14,37  | 8,07   | 21,87  | 1,48                     | 2,1    | 0,62                       | Creme        |
|         | 1000       | 7,49   | 7,12   | 19,89  | 1,53                     | 2,27   | 0,76                       |              |
| CPR     | 900        | 11,21  | 9,85   | 20,34  | 1,45                     | 1,5    | 0,57                       | Rósea        |
|         | 1000       | 8,53   | 7,96   | 18,83  | 1,54                     | 1,8    | 0,69                       |              |

Legenda: PF = Perda ao fogo, AA = Absorção de água, PA = Porosidade aparente, MEA = Massa específica aparente, RL = Retração linear, TRF = Tensão de ruptura à flexão- *Correspondência entre amostras: CFL = (Floriano-PI); CCX1 = (Caxias-MA); CCX2 = (Caxias-MA); CCX3 = (Caxias-MA); CPB = (Palmeirais-PI); CPR = (Palmeirais-PI)* . Fonte: Autoria própria, 2025.

A tabela 6 apresenta os resultados das propriedades tecnológicas de seis amostras de caulim (CFL, CCX1, CCX2, CCX3, CPB e CPR) sinterizadas a 900 °C e 1000 °C. Observa-se, em geral, redução da perda ao fogo (PF), absorção de água (AA) e porosidade aparente (PA) com o aumento da temperatura. A massa específica aparente (MEA) e a retração linear (RL) aumentam, indicando densificação. Contudo, a tensão de ruptura à flexão (TRF) permanece baixa, variando de 0,57 a 2,15 kgf/cm<sup>2</sup>, o que limita o uso das amostras para cerâmicas estruturais.

## 5 CONCLUSÃO

O presente trabalho teve como objetivo central a caracterização físico-química, mineralógica e tecnológica de amostras de caulim provenientes dos municípios de Caxias-MA, Floriano-PI e Palmeirais-PI, situados na região Meio-Norte do Nordeste brasileiro. A abordagem metodológica adotada permitiu analisar com rigor científico as propriedades do material, com ênfase no seu comportamento térmico e tecnológico, contribuindo para o avanço do conhecimento técnico-científico sobre a aplicabilidade industrial desses recursos minerais.

Os ensaios de caracterização demonstraram que todas as amostras apresentaram, em sua composição mineralógica, predomínio de caulinita, além de fases acessórias como quartzo e, em menor grau, mica. A composição química revelou elevados teores de óxidos de silício ( $\text{SiO}_2$ ) e de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), compatíveis com os padrões observados em caulins de outras regiões brasileiras (MORAES, 2007; MONTEIRO, 2017). Os resultados de difração de raios X e fluorescência de raios X corroboraram a elevada cristalinidade e pureza relativa do mineral.

Os corpos de prova cerâmicos obtidos a partir das amostras estudadas, submetidos às temperaturas de sinterização de 900 °C e 1000 °C, apresentaram variações consistentes nas propriedades tecnológicas, tais como perda ao fogo, porosidade aparente, absorção de água, massa específica aparente, retração linear e resistência à flexão. No entanto, os valores de tensão de ruptura à flexão permaneceram baixos em todas as amostras, oscilando entre 0,57 e 2,15 kgf/cm<sup>2</sup>, abaixo dos parâmetros de referência para cerâmicas de média ou alta resistência. (ANDRADE *et al.*, 2009; MARQUES e ARAÚJO, 2023).

Nesse contexto, conclui-se que, embora os caulins analisados apresentem características promissoras para uso em produtos cerâmicos não estruturais, como revestimentos internos, tijolos comuns ou materiais porosos, sua aplicação em cerâmicas técnicas ou pisos de alto desempenho requer ajustes de formulação, especialmente com adição de fundentes, controle de granulometria e processos de refino mineral.

Por fim, conclui-se que o caulim oriundo das localidades estudadas possui características tecnológicas que o qualificam como uma matéria-prima de potencial estratégico para o desenvolvimento regional sustentável. A valorização deste recurso mineral pode impulsionar o fortalecimento das cadeias produtivas locais, promover o aproveitamento de recursos naturais disponíveis e contribuir para a interiorização da indústria mineral, em consonância com os princípios de inovação e sustentabilidade.

## REFERÊNCIAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas- NBR 12653: **Materiais pozolânicos – Requisitos**, Rio de Janeiro, 2014.

ANDRADE, F. L. F.; SANTOS, A. P.; LIMA, J. C.; OLIVEIRA, M. R. Avaliação da potencialidade de uso do resíduo proveniente da indústria de beneficiamento do caulim na produção de piso cerâmico. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 14, n. 3, p. 41–45, 2009. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/>. Acesso em: 10 nov. 2024.

ANJOS, M. A. S. et al. Argilas cauliniticas do município de Acará-PA visando à produção de refratários. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA – CBQ, 50.**, 2010, Fortaleza. *Anais eletrônicos...* Fortaleza: ABQ, 2010

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6457: **Solo Amostras de solo - Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização**. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6459: **Solo - Determinação do limite de liquidez**. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7180: **Solo - Determinação do limite de plasticidade**. Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR NM 248 – **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro 2003.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM), 2018. **Sumário Mineral Brasileiro 2018**. disponível em: <https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/sumario-mineral-brasileiro-2018>. Acesso em: Set. 2022.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM), 2022. **Sumário Mineral Brasileiro 2022**. disponível em: <https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/sumario-mineral-brasileiro-2022>. Acesso em: Jul. 2023.

ARRUDA JUNIOR, Euler Santos et al. The use of red mud and kaolin waste in the production of a new building material: pozzolanic pigment for colored concrete and mortar. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 27, p. e20220149, 2022. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/3xRrC6fWX44JLwbjB6grnRR/?lang=en>. Acesso em: 10 nov. 2024.

ARAÚJO, Eliandra Dantas de et al. Propriedades dielétricas de cerâmicas de esteatita produzidas a partir de resíduos de talco e caulim. **Pesquisa de Materiais**, v. 25, p. e20210428, 2022. Disponível em: <https://periodicos.ifpb.edu.br/index.php/pm>. Acesso em: 10 nov. 2024.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C – 373 – 88**. Water absorption. Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products. Disponível em: [www.astm.org](http://www.astm.org) Acesso em: 08 de jan de 2022.

ASTM International. *ASTM D790-10* ; Métodos de ensaio padrão para propriedades de flexão de plásticos não reforçados e reforçados e materiais isolantes elétricos. ASTM International: West Conshohocken, PA, EUA, 2010. Disponível em: [www.astm.org](http://www.astm.org) Acesso em: 11 de mar de 2022.

BARATA, M.; Angélica, R. (2012). Caracterização Dos Resíduos Cauliníticos Das Indústrias De Mineração De Caulim Da Amazônia Como Matéria-Prima Para Produção De Pozolanas De Alta Reatividade. **Cerâmica**, 58, 36-42. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/>. Acesso em: 17 nov. 2022.

BARROS, José Sidiney. **Ação emergencial para delimitação de áreas em alto e muito alto risco a enchentes, inundações e movimentos de massa: Floriano, Piauí**. CPRM, 2014. disponível em: <https://rigeo.sgb.gov.br/handle/doc/20035>. Acesso em: Jul. 2024.

Bezzon, V. D. N.; "Princípios básicos de cristalografia e difração de raios X na caracterização de materiais", : **WORKSHOP DE CRISTALOGRAFIA APLICADA A ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS**, p. 7-13 . In: . São Paulo: Blucher, 2024. ISSN 2358-9337, DOI 10.5151/13wcacem-002. Disponível em: <https://www.proceedings.blucher.com.br/article-details/principios-bsicos-de-cristalografia-e-difrao-de-raios-x-na-caraterizacao-de-materiais-39718> Acesso em: Jul. 2024.

BRIGATTI, Maria Franca; GALAN, Emílio; THENG, BKG Estruturas e mineralogia de argilominerais. **Desenvolvimentos na ciência da argila**, v. 1, p. 19-86, 2006. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/series/developments-in-clay-science>. Acesso em: 14 nov. 2024.

BUYONDO, Kasumba A.; KASEDE, Hillary; KIRABIRA, John B. A comprehensive review on kaolin as pigment for paint and coating: Recent trends of chemical-based paints, their environmental impacts and regulation. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, p. 100244, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/journal/case-studies-in-chemical-and-environmental-engineering>. Acesso em: 01 Mar. 2023.

CAMPOS, V. M. J. S., BERTOLINO, L. C., & ALVES, O. C. Mineralogical characterization and beneficiation study of kaolin from Equador (RN) and Junco do Seridó (PB) to increase the brightness index. **Cerâmica**, v. 63, p. 369-375, 2017. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/bNv5y33rwsNtNZJjCMTWCWs/?format=html&lang=en>. Acesso em: 13 dez. 2023.

CABRAL, E. da S., et al. IMPACTOS AMBIENTAIS: Uma Abordagem das Atividades de Beneficiamento de Caulim na Região Borborema/Seridó na Paraíba. Centro Científico Conhecer - **ENCICLOPÉDIA BIOSFERA**, Goiania, v. 5. 2009. Disponível em: <http://docplayer.com.br/storage/25/5676301/1606163750/gxIyXkW1wQOyBHjtbv9UKw/5676301.pdf>. Acesso em 26 ago. 2022.

CAO, Pengxu et al. Extraction of alumina from low-grade kaolin in the presence of lime and NaOH via multi-stage hydrothermal process. **Applied Clay Science**, v. 229, p. 106675, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0169131722002708>. Acesso em: 23 jan. 2024.

CAMPOS, V. M. J. S. et al. Mineralogical and technological characterization of kaolin from two deposits of Província Pegmatítica Borborema, northeastern Brazil. In: **Proceedings of the 49. Brazilian congress of geology; 7. symposium on volcanism and associated environments; 9. symposium of cretaceous from Brazil**. 2018. Sociedade Brasileira de Geologia. Disponível em: <https://inis.iaea.org/records/azg7x-ak786>. Acesso em: 27 jan. 2024.

CAPUTO, Homero Pinto. **Mecânica dos solos : obras de terra e fundações**. Coautoria de Armando Negreiros Caputo. Atualizado por Paulo José Rocha de Albuquerque, Jean Rodrigo Garcia. 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: Livros Tecnicos e Científicos : INL, 2022. 384 p., il. ISBN 9788521637684 (broch.).

CORREIA FILHO, F. L.; GOMES, É. R.; NUNES, O. O.; LOPES FILHO, J. B. **Projeto Cadastro de Fontes de Abastecimento por Água Subterrânea, estado do Maranhão: relatório diagnóstico do município de Caxias**. -Teresina: CPRM -Serviço Geológico do Brasil, 2011. 31 p. 13-20 Disponível em: <https://rigeo.cprm.gov.br/bitstream/doc/15425/1/rel-carolina.pdf>. Acesso em: 07 out. 2022

DA SILVA MAGALHÃES, Rodrigo; DE ALMEIDA, Kelson Silva; GOMES, Érico Rodrigues. Caracterização físico-química, mineralógica e tecnológica de argilas de Caxias/MA. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 8, n. 2, p. 13974-01e, 2022. Disponível em: <https://periodicos.ufv.br/jcec>. Acesso em: 17 set. 2023

DA SILVA XAVIER, Milson Edmar; DA COSTA, Marcondes Lima. **Visita às minas de fosfatos, caulim e bauxita na região nordeste do estado do Pará, Brasil**. Belém: Grupo de Mineralogia e Geoquímica Aplicada (GMGA), Instituto de Geociências, UFPA, 26–28 nov. 2018. Relatório da excursão “Intemperismo” do PPGeo-UFPA, 2018.

DE OLIVEIRA, Rafael Henrique et al. Caracterização mineralógica, físico-química e tecnológica da argila de Angélica (Brasil): Adequação para aplicação em produtos de construção. **Cerâmica Industrial**, v. 27, n. 1, p. 1-11, 2022. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/10.4322/cerind.2022.005/pdf/ci-27-1-1.pdf>. Acesso em: 17 set. 2023

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

FERREIRA, H. C.; SANTOS, P. de S. **Caracterização e aplicações industriais de argilas, caulins e feldspatos do Nordeste brasileiro**. São Paulo: Escola Politécnica da USP, 1973. 120 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Universidade de São Paulo.

GARCIA, Dorival Pinheiro; CARASCHI, José Cláudio; VENTORIM, Gustavo. DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA DE PELLETS DE MADEIRA POR TGA. **HOLOS**, [S. l.], v. 1, p. 327–339, 2016. DOI: 10.15628/holos.2016.3886. Disponível em: <https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/3886>. Acesso em: 9 nov. 2023.

Gianni, E., Avgoustakis, K., & Papoulis, D. (2020). Kaolinite group minerals: Applications in cancer diagnosis and treatment. **European journal of pharmaceutics and biopharmaceutics : official journal of Arbeitsgemeinschaft fur Pharmazeutische Verfahrenstechnik e.V**, 154, 359–376. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2020.07.030>. Acesso em: 9 nov. 2023.

GOUGAZEH, M. 2022. Beneficiation and upgrading of Jordanian oil shale. **Physicochemical Problems of Mineral Processing**, 58, 147092. Disponível em: <https://doi.org/10.37190/ppmp/147092>. Search in Google Scholar. Acesso em: 8 de nov. 2022.

IMERYS. **CAULIM**. (2021) Disponível em: <http://www.perfiltra.com/por/pages/display/caolin>. Acesso em: 8 de nov. 2022.

LUZ, A. B., LINS, F. A. F. **Rochas & minerais Industriais: usos e especificações**. 2.Ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. 990p.

MAIA, A. Á. B. et al. Use of  $^{29}\text{Si}$  and  $^{27}\text{Al}$  MAS NMR to study the thermal activation of kaolinites from kaolin residues from the Brazilian Amazon. **Clay Applied Science**, v. 87, p. 189-196, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0169131713003591>

MARQUES, Flávio Adriano et al. Relationship between soil oxidizable carbon and physical, chemical and mineralogical properties of Umbric Ferralsols. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, p. 25-40, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/s0100-06832011000100003>. Acesso em: 8 de Ago. 2022.

MARQUES, Ana Vitória Santos; ARAÚJO, Antusia dos Santos Barbosa. Preparação da membrana cerâmica porosa de baixo custo a partir do caulim como matéria-prima e da serragem da madeira como agente progênico no tratamento de efluente industrial. In: **Anais do Congresso de Iniciação Científica, Desenvolvimento Tecnológico e Inovação da Universidade Federal de Campina Grande**. Vol. 20. N. 1. 2023. Disponível em: <https://revistas.editora.ufcg.edu.br/index.php/cicufcg/article/view/3144>. Acesso em: 14 de Set. 2024.

MAYER, Klaus et al. Hydrothermal alteration of surficial rocks at Solfatara (Campi Flegrei): Petrophysical properties and implications for phreatic eruption processes. **Journal of Volcanology and Geothermal Research**, v. 320, p. 128-143, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0377027316300609>. Acesso em: 06 de Set. 2024.

MELLO, G. A. **Mercado internacional e produção de caulim**. Brasília, DF: **Diretoria de Geologia e Recursos Minerais, Serviço Geológico do Brasil**, out. 2024. relatório técnico. Disponível em: [https://www.gov.br/mre/pt-br/consulado-nova-york/secom/avisos-1/avisos-arquivos/mercado-e-produtores-de-caulim-gm\\_22out.docx](https://www.gov.br/mre/pt-br/consulado-nova-york/secom/avisos-1/avisos-arquivos/mercado-e-produtores-de-caulim-gm_22out.docx). Acesso em: 16 de Dez. 2023.

MENEZES, R. R. et al. Caracterização de argilas plásticas do tipo "ball clay" do litoral paraibano. **Cerâmica**, v. 49, p. 120-127, 2003. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132003000300003>. Acesso em: 03 de Dez. 2023.

MONTEIRO, F. M. **Efeito da adição de resíduos de caulim e quartzito em massas cerâmicas para revestimento**. 2017. 175 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/23011>. Acesso em: 24 jun. 2024.

MORAES, M. L. V. N. de. **Aproveitamento de resíduo de beneficiamento do caulim na produção de porcelanato cerâmico**. 2007. 153 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

MORAES, J. M. **Caracterização tecnológica e mineralógica de caulins brasileiros**. XIV Jornada de Iniciação Científica–CETEM. UERJ, 2013.

MORAIS, A. L. S. et al. Análise granulométrica: uma revisão bibliográfica. **Journal of Exact Sciences**, [s. l.], v. 28, n. 1, p. 05-10, 2021. Disponível em: [https://www.mastereditora.com.br/periodico/20210311\\_094515.pdf](https://www.mastereditora.com.br/periodico/20210311_094515.pdf). Acesso em: 19 jul. 2023

MOTTA, José F.M; TANNO, Luiz C; JÚNIOR, Marsis Cabral. Argilas Plásticas para cerâmica Branca no Estado de São Paulo: Potencialidade Geológica. **Revista Brasileira de Geociências**, [s. l.], jun. 1993. Disponível em: <http://bjg.siteoficial.ws/1993/n.2/6.pdf.pdf>. Acesso em: 17 jul. 2023

NASTRI, S. et al. Avaliação de Caulim Sedimentar do Estado do Pará como Matéria-Prima para o Setor Cerâmico. Parte II. Avaliação de Desempenho em Aplicações Cerâmicas (Engobe, Esmalte e Massa de Porcelanato). **Cerâmica Industrial**, v. 16, n. 1, pág. 15-20, 2011. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br>. Acesso em: 16 Mai. 2022.

NEUMANN, Reiner et al. The mineral phase quantification of vermiculite and interstratified clay minerals-containing ores by X-ray diffraction and Rietveld method after K cation exchange. **Minerals Engineering**, v. 24, n. 12, p. 1323-1334, 2011. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/journal/minerals-engineering>. Acesso em: 03 Fev. 2023.

NKWOADA, Amarachi et al. Development of co-doped TiO<sub>2</sub> nanoparticles from periwinkle bark ash and kaolin for degradation of hazardous dyes. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 143, p. 109768, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/journal/inorganic-chemistry-communications>. Acesso em: 10 Ago. 2024.

RACANELLI, L. DE A. et al. Caracterização e Estudo das Propriedades Físicas, Químicas e Mecânicas das Argilas Cauliníticas da Região Nordeste do Estado do Pará. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 1, 2020. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/sZFqP3BkLjLjfhPPtnTnwXh/?lang=pt>. Acesso em: 12 Set. 2024.

ROMERO-GUERRERO, L. M. et al. Chemical, mineralogical, and refractory characterization of kaolin in the regions of Huayacocotla-Alumbres, Mexico. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2018, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1155/2018/8156812>. Acesso em: 10 nov. 2024.

SALES JÚNIOR, José Carlos Calado. **Avaliação da potencialidade de argilas de queima clara como matérias-primas para o desenvolvimento de novos produtos cerâmicos**. 2008. Dissertação Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

SANTOS, Pêrsio de Souza. **Ciência e tecnologia de argilas**. 2. ed., rev. e ampl. São Paulo, SP: Blücher, 1989, 1992..

SANTOS, Elenir Souza et al. Espectrometria de Fluorescência de Raios-x na Determinação de Espécies Químicas. **Enciclopédia Biosfera**, [s. l.], v. 9, n. 17, p. 13- 32, 01 dez. 2013. Disponível em: <https://www.conhecer.org.br/enciclop/2013b/MULTIDISCIPLINAR/espectrometria.pdf>. Acesso em: 17 jan. 2022.

SÁNCHEZ-SOTO, Pedro José et al. Study of a Waste Kaolin as Raw Material for Mullite Ceramics and Mullite Refractories by Reaction Sintering. **Materials**, v. 15, n. 2, p. 583, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma15020583>. Acesso em: 17 jan. 2022.

SCHACKOW, Adilson. **Efeito das características pozolânicas de rejeitos de tijolos nas propriedades de argamassas**. 2015. Tese de Doutorado. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Centro de Ciências Tecnológicas–CCT. 2015. Joinville.

SILVA, Fernanda Arruda Nogueira Gomes da et al. Alveijamento químico de caulins brasileiros: efeito do potencial eletroquímico da polpa e do ajuste do pH. **Química Nova**, v. 34, p. 262-267, 2011. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/VS4dqpctRZCgBfpjZY7kJ6h/?lang=pt>. Acesso em: 25 nov. 2022

SILVA, L. da S. F.; SILVA, L. M. da; OLIVEIRA, I. L. de. Caracterização da argila caulínica: propriedades químicas e mineralógicas e sua aplicabilidade na construção civil. **Caderno Pedagógico**, [S. l.], v. 22, n. 5, p. e14606, 2025. DOI: 10.54033/cadpedv22n5-034. Disponível em: <https://ojs.studiespublicacoes.com.br/ojs/index.php/cadped/article/view/14606>. Acesso em: 13 nov. 2023.

SOUZA, Juliana Santa Cruz. **A influência do metacaulim na cristalização das hidrogranadas nas pastas de cal**. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Universidade Federal de Pernambuco, 2019.

SHVARZMAN, A, KOVLER, K, GRADER, G S, & SHTER, G E (2003). The effect of dehydroxylation/amorphization degree on pozzolanic activity of kaolinite. **Cement and Concrete Research**, 33(3). Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(02\)00975-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00975-4). Acesso em: 17 Jun. 2023.

SOARES, R. A. L. et al. Efeito da Adição de Calcita Oriunda de Jazida de Argila em Massa de Cerâmica de Revestimento. **Cerâmica Industrial**, v. 19, n. 3, p. 27–32, 2014. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/587657567f8c9d6e028b4802>. Acesso em: 03 Jun. 2023.

SPACOV, I.C.G. et al. Dosimetria externa em minas de caulim na região do Seridó do Nordeste do Brasil. **Cerâmica**, v. 64, p. 133-140, 2018. Disponível em: [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0366-69132018000100133&tlng=pt](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132018000100133&tlng=pt). Acesso em: 08 Jul. 2023.

TOLEDO, Simone Perche de; SANTOS, H. S.; SANTOS, Pêrsio de Souza. Caracterização dos argilominerais do grupo da caulinita em alguns caulins e “ball clays” de Santa Catarina. **Cerâmica Industrial**, v. 8, n. 4, p. 19-25, 2003. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/5876571a7f8c9d6e028b469b>

Acesso em: 20 de Fev. 2023.

WILSON, Ian. Mineralogia Aplicada da Argila. Ocorrências, processamento e aplicação de caulins, bentonita, paligorsquíta, sepiolita e argilas comuns. Haydn H. Murray. Developments in Clay Science, volume 2, Elsevier Science, Amsterdam, (2007), 180+ viii pp. ISBN-13: 978-0-444-51701-2, ISBN-10: 0-444-51701-4. **Clays and Clay Minerals** , v. 55, n. 6, p. 644-645, 2007. Disponível em: <https://doi:10.1007/BF03406033>. Acesso em: 13 de mai. 2023.

ZANINI, Ariel Elder. **Seleção, Purificação e Modificação de Argilas para Aplicação em Nano-Sistemas**. 2014. 354f. Tese de doutorado. Programa de pós graduação em Engenharia Industrial da universidade Federal de Bahia, Salvador, Bahia.

ZEWDIE, Tsegahun Mekonnen et al. Characterization and beneficiation of Ethiopian kaolin for use in fabrication of ceramic membrane. **Materials Research Express**, v. 8, n. 11, p. 115201, 2021. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/journal/2053-1591>. Acesso em: 10 abr. 2022.