

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS**  
**DEPARTAMENTO DE GEOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOLOGIA**

**MARCOS AURÉLIO MARCELINO MOREIRA**

**CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DAS ARGILAS ALUVIONARES DA**  
**REGIÃO METROPOLITANA DE FORTALEZA**

**FORTALEZA**

**2015**

MARCOS AURÉLIO MARCELINO MOREIRA

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DAS ARGILAS ALUVIONARES DA REGIÃO  
METROPOLITANA DE FORTALEZA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em GEOLOGIA da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Geologia. Área de Concentração: Geodinâmica e Recursos Minerais

Orientadora: Profa. Dra. Irani Clezar Mattos.

FORTALEZA

2015

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca de Ciências e Tecnologia

---

M838c      Moreira, Marcos Aurélio Marcelino.  
                Caracterização tecnológica das argilas aluvionares da Região Metropolitana de Fortaleza /  
                Marcos Aurélio Marcelino Moreira. – 2015.  
                104f. : il. color., enc. ; 30 cm.

                Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências,  
                Departamento de Geologia, Programa de Pós-Graduação em Geologia, Fortaleza, 2015.  
                Área de Concentração: Geodinâmica e Recursos  
                Minerais. Orientação: Profa. Dra. Irani Clezar Mattos.

1. Cerâmica - Indústria. 2. Tijolos. 3. Argila. I. Título.

---

CDD 551

MARCOS AURÉLIO MARCELINO MOREIRA

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DAS ARGILAS ALUVIONARES DA REGIÃO  
METROPOLITANA DE FORTALEZA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em GEOLOGIA da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Geologia. Área de Concentração: Geodinâmica e Recursos Minerais

Aprovada em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_.

BANCA EXAMINADORA

---

Profa. Dra. Irani Clezar Mattos  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Ricardo Emílio Quevedo Nogueira  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Profa. Dra. Denise Maria Azevedo Ursulino  
Instituto Centro de Ensino Tecnológico - CVTEC São Gonçalo do Amarante

Ao Salvador Jesus Cristo.

À minha amada esposa Gisele Paula.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao DNPM, pelos recursos disponibilizados para realização da pesquisa.

À Prof<sup>a</sup>. Dra. Irani Clezar Mattos, por todo apoio na orientação deste trabalho.

Aos professores participantes da banca examinadora Dr. Ricardo Emílio Quevedo Nogueira e Dra. Denise Maria Azevedo Ursulino, pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

À equipe do setor de Geoprocessamento do DNPM no Ceará, na pessoa do senhor Cristiano Silva, pelo suporte nas etapas de campo e elaboração de mapas.

À equipe do Laboratório de Ensaios Tecnológicos em Argila do SENAI-Piauí, na pessoa do senhor Francisco Camelo, pelas sugestões e materiais concedidos para caracterização tecnológica dos materiais.

À prof<sup>a</sup> Dra. Sônia Maria, pela utilização dos equipamentos do Laboratório de Geotécnica; à equipe do Laboratório de Raios-X da UFC, na pessoa do Prof. Dr. Marcos Sasaki, pela realização dos ensaios e liberação do uso da mufla; e à equipe do Laboratório de MEV, na pessoa do prof. Dr. Nogueira Neto, pela colaboração nos ensaios de microscopia eletrônica.

Aos colegas de pós-graduação e graduação em Geologia, que de alguma forma contribuíram para realização deste trabalho.

Aos meus pais, pelos ensinamentos concedidos e que permanecerão por toda a vida.

## RESUMO

Na Região Metropolitana de Fortaleza várias indústrias cerâmicas, cujo principal produto é a fabricação de tijolos, tem enfrentado grandes problemas devido à necessidade de reaproveitamento da massa cerâmica, ou mesmo a perda da mesma após a queima, por não atender as especificações do mercado. Isso decorre na maioria das vezes devido à proporção de mistura da matéria-prima introduzida no processo ser inadequada, decorrente da falta de conhecimento de suas características, acarretando no consumo adicional de energia elétrica, subutilização dos equipamentos e mão-de-obra e, conseqüentemente, aumento dos custos de produção. A caracterização tecnológica das argilas utilizadas em algumas cerâmicas da região pode fornecer subsídios para melhoria do processo utilizado nessas indústrias. A metodologia utilizada nesse trabalho envolveu a seleção de áreas de extração para caracterização tecnológica da argila e definição de uma proporção de mistura adequada para fabricação de tijolos, com base na matéria-prima utilizada por cada indústria cerâmica selecionada, além de avaliar a qualidade do material argiloso para fabricação de telhas. Paralelamente foram realizadas análises de difração/fluorescência de raios X e microscopia eletrônica de varredura, onde foi possível verificar uma predominância de argilas cauliníticas e ilíticas nas argilas aluvionares da região, sendo também observadas associações intestratificadas de caulinita e esmectita. Tais análises também foram aplicadas com o propósito de identificar propriedades que pudessem interferir no processo cerâmico. Com base nos resultados de caracterização tecnológica foi identificado que somente uma amostra pode ser utilizada diretamente na fabricação de telhas ou tijolos, sem a necessidade de mistura. Com relação às demais amostras, as proporções definidas para misturas de argilas se mostraram satisfatórias para fabricação de produtos voltados para cerâmica vermelha.

**Palavras-chave:** Cerâmica, argilominerais, análises de raios X

## ABSTRACT

In the metropolitan area of Fortaleza various ceramic industries, whose main product is the manufacture of bricks, has been facing major problems due to the need to reuse the ceramic body, or even the loss of it after firing, for not meeting the specifications of the market. This occurs mostly due to the mixing ratio of the raw material introduced into the process is inadequate, due to the lack of knowledge of its characteristics, resulting in additional electricity consumption, under-utilization of equipment and skilled labor and hence increase in production costs. The technological characterization of clays used in some ceramics of the region can provide input for improvement of the process used in these industries. The methodology used in this work involved the selection of extraction areas for technological characterization of the clay and setting a ratio of adequate mixing for the manufacture of bricks, based on the raw material used by each selected ceramic industry, and to evaluate the quality of material for the manufacture of clay tiles. Parallel analyzes were performed X-ray diffraction and fluorescence and scanning electron microscopy, where we observed a predominance of kaolinite and illitic clays in alluvial clays of the region, being also observed interstratified kaolinite and smectite associations. Such analysis was also applied in order to identify properties that could interfere with the ceramic process. Based on the results of technological characterization was identified that only one sample may be used directly in the manufacture of tiles or bricks, without the need for mixing. Among the remaining samples, the proportions set to mixtures of clays seem to be satisfactory for the manufacture of products for red ceramics.

**Keywords:** Ceramic, clay minerals, X-ray analysis.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
1.1	Área de estudo.....	15
1.2	Localização .....	16
1.3	Aspectos fisiográficos .....	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO.....	22
2.1	Argilas.....	22
2.2	Ensaio de Caracterização da Argila para Aplicação na Indústria de Cerâmica Vermelha .....	24
2.2.1	Análise do resíduo .....	24
2.2.2	Ensaio físico .....	25
2.2.3	Plasticidade da argila.....	28
2.3	Identificação químico-mineralógica .....	29
2.3.1	Análise por difração de raios - X.....	29
2.3.2	Análise por fluorescência de raios - X .....	31
2.3.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	32
3	CONTEXTO GEOLÓGICO .....	34
3.1	Proterozóico .....	34
3.2	Terciário .....	37
3.3	Quaternário.....	38
3.3.1	Coberturas colúvio-eluviais.....	38
3.3.2	Paleodunas.....	38
3.3.3	Dunas móveis .....	39
3.3.3.4	Depósitos fluvio-aluvionares / mangues .....	39
4	MATERIAIS E MÉTODOS .....	41
4.1	Materiais .....	41
4.2	Métodos.....	42
4.2.1	Etapa I. Levantamento bibliográfico .....	42
4.2.2	Etapa II. Seleção de áreas-alvo para coleta de amostras para realização dos ensaios de caracterização. ....	42
4.2.3	Etapa III. Amostragem e codificação de amostras para envio ao laboratório. ....	44
4.2.4	Etapa IV. Caracterização químico-mineralógica da argila.....	47

4.2.4.1	Análises de difração e fluorescência de raios X.....	47
4.2.4.2	Microscopia Eletrônica por Varredura - MEV.....	50
4.2.5	Etapa V. Caracterização Tecnológica da Argila.....	50
4.2.5.1	Distribuição granulométrica do resíduo .....	51
4.2.5.2	Ensaio do resíduo .....	52
4.2.5.3	Confecção e secagem dos corpos de prova .....	53
4.2.5.4	Ensaio de retração linear após secagem e após queima .....	54
4.2.5.5	Ensaio de perda ao fogo - P.F.....	56
4.2.5.6	Ensaio de tensão de ruptura à flexão após secagem e após queima .....	56
4.2.5.7	Ensaio de absorção d'água, porosidade aparente (Pa), massa específica aparente (Mea) e massa específica aparente da parte sólida (Meas).....	57
4.2.5.8	Ensaio de plasticidade .....	58
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	60
5.1	Caracterização mineralógica.....	60
5.1.1	Difração de raios X.....	60
5.1.2	Fluorescência de raios X .....	63
5.1.3	Microscopia eletrônica por varredura.....	66
5.2	Caracterização tecnológica .....	72
5.2.1	Análise do resíduo .....	74
5.2.2	Ensaio físicos .....	75
5.2.3	Análise das misturas de argilas .....	82
6	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES.....	90
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	93
	NORMAS .....	100
	ANEXO A - Resultados de análises de difração de raios X. O código da amostra está expresso no canto superior esquerdo em cada gráfico. Siglas: Q (quartzo), i (ilita), c (caulinita), c-mm (caulinita-montmorillonita), ab (albita), an (anortita), anc (anortoclásio), mc (microclínio), s (sanidina). .....	101
	ANEXO B - Caracterização do “resíduo” retido na malha 325 mesh das amostras de argila. ....	104

## LISTA DE FIGURAS

Figura 01 – Polos cerâmicos utilizados para delimitação da área de estudo na Região Metropolitana de Fortaleza, destacando as áreas onde foram coletadas as amostras em cada polo. ....	16
Figura 02 – Mapa de localização da Região Metropolitana de Fortaleza utilizada neste trabalho (tracejado verde) em comparação com a atual configuração da RMF. ....	17
Figura 03 – Mapa representativo dos pontos de coleta de argilas “gordas” com relação aos principais solos da Região Metropolitana de Fortaleza. ....	19
Figura 04 – Sub-bacias presentes na Região Metropolitana de Fortaleza relacionada neste projeto. ....	20
Figura 05 – Esquema básico de estrutura para um argilomineral 2:1, representado por um camada octaédrica entre duas folhas tetraédricas. ....	23
Figura 06 – Esquema básico de estrutura para um argilomineral 1:1, representado por uma camada tetraédrica e outra octaédrica. ....	23
Figura 07 – Mapa Geológico da Região Metropolitana de Fortaleza. ....	35
Figura 08 – Perfil de horizontes com características de argila “gorda” e “magra”. ....	41
Figura 09 – Área de extração de argila em um licenciamento do DNPM (área delimitada com linha vermelha) e próxima a uma cerâmica. ....	43
Figura 10 – Uso da escavadeira para amostragem de argila. a) Escavadeira posicionada sobre a cava de argila, para retirada do material a ser amostrado; b) deposição da “conchada” para coleta da amostra. ....	45
Figura 11 – Microscópio Eletrônico de Varredura à esquerda, com representação da utilização do software para leitura das imagens no monitor acoplado. ....	50
Figura 12 – Coloração esverdeada indicando a presença de óxido de ferro e efervescência devido à presença de grãos de calcário observados durante análise do “resíduo” ....	53
Figura 13 – Exemplo de Corpos-de-Prova confeccionado por extrusão. ....	54
Figura 14 – Preparação do corpo de prova para realização dos ensaios físicos. a) Extrusão e corte; b) marcação do corpo de prova para análise de retração linear. ....	54
Figura 15. Ensaio de retração linear após secagem. ....	55
Figura 16 – Ensaio de tensão de ruptura à flexão após queima. a) Corpo de prova antes da ruptura; b) após a ruptura. ....	57
Figura 17 – Equipamento de casagrande Solotest. ....	59

Figura 18 – Presença de interestratificados de caulinita-esmectita nas amostras A, C e E. Siglas: Q (quartzo), i (ilita), c (caulinita), c-mm (caulinita-montmorillonita), mc (microclínio). .....	61
Figura 19 – Picos expressivos de caulinitas nas amostras L e N, sugestivos de elevados índices de cristalização. Siglas: i (ilita), c (caulinita), mc (microclínio), Q (quartzo), s (sanidina). .....	62
Figura 20 – Comparação dos difratogramas da amostra C após análise ao natural, aquecida a 350°C e 550°C. Notar o pico de albita que permanece na parte direita do difratograma, após o desaparecimento da caulinita a 550°C. Siglas: i = ilita, c-mm = caulinita-montmorillonita, mc = microclínio, c = caulinita, ab = albita. .....	63
Figura 21 – Comparação da influência dos óxidos de ferro e titânio na coloração final do corpo de prova nas amostras I e G. Notar a tonalidade mais alaranjada em G, reflexo do menor percentual de óxido de ferro e pela presença do óxido de titânio. .....	64
Figura 22 – Imagem de microscopia eletrônica por varredura de um aglomerado de argilominerais em imagem de microscopia eletrônica por varredura na amostra A (a) e sua respectiva análise em EDS (b). .....	66
Figura 23 – Partículas com alto teor de Fe e Ti na amostra C. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS. .....	67
Figura 24 – Película esbranquiçada de uma provável barita sobre um aluminossilicato na amostra E. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS. .....	68
Figura 25 – Imagens de MEV da amostra G. a) Grão com alto teor de titânio e cálcio; b) Película esbranquiçada de uma provável barita sobre um aluminossilicato; c) Análise de EDS da Figura a; d) Análise de EDS da Figura b. .....	69
Figura 26 – Partícula com alto teor de zircônio na amostra I. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS. .....	70
Figura 27 – Análise de EDS de um grão da amostra N contendo silício e alumínio com proporção química 2:1 e picos de magnésio, sódio e potássio. .....	71
Figura 28 – Grão com elevado teor de titânio na amostra N. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS. .....	71
Figura 29 – Presença de trincas nos corpos de prova das amostras “gordas” após a queima. Não foi possível recolher os corpos de prova da amostra L após a queima .....	75
Figura 30 – Seção de ruptura da amostra G a partir do ensaio de TRF após queima. Presença de grãos de calcário de até 2,5 mm contribui para reduzir a resistência do material. .....	78

## LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Produção de argila x CFEM arrecadada na Região Metropolitana de Fortaleza, no ano de 2013.....	14
Tabela 02 – Produtos cerâmicos com base na matéria-prima.....	24
Tabela 03 – Limites mínimos para os ensaios de TRF após secagem a 110°C e após queima a 950°C, e limite máximo para absorção de água após queima a 950°C. ....	27
Tabela 04 – Aplicação provável das argilas lacustres da RMF. ....	27
Tabela 05 – Tipos de argila conforme o índice de plasticidade.....	28
Tabela 06 – Correlação da plasticidade das argilas com os resultados esperados para os testes de resistência à flexão e retração linear após secagem. ....	29
Tabela 07 – Interpretação de análise química de material argiloso. ....	32
Tabela 08 – Esquema comparativo para as rochas graníticas-migmatíticas presentes na área, segundo trabalhos anteriores.....	36
Tabela 09 – Codificação utilizada para preparação das amostras pelo laboratório para caracterização tecnológica das argilas “gordas” e das misturas de argilas “gordas” (g) e “magras” (m) com base na proporção de volumes (V) definida por cada cerâmica.....	47
Tabela 10. Reflexões diagnósticas utilizadas neste trabalho para caracterização dos minerais argilosos e não argilosos.....	49
Tabela 11 – Fórmulas para cálculo nos testes de absorção d’água, volume aparente, massa específica aparente e porosidade aparente. ....	58
Tabela 12 – Associação mineralógica identificada por difração de raios X nas amostras da Região Metropolitana de Fortaleza.....	60
Tabela 13 – Resultados de fluorescência de raios X. As amostras foram agrupadas de acordo com cada sub-bacia para facilitar a interpretação. Valores em %. ....	63
Tabela 14 – Resultados da análise do resíduo. ....	75
Tabela 15 – Resultados dos ensaios físicos para as amostras G e I.....	76
Tabela 16 – Classificação das amostras conforme o índice de plasticidade.....	80
Tabela 17. Comparação dos resultados de plasticidade com os ensaios de resistência a tensão (TRF) e contração linear (RL), ambos após secagem, para as amostras G e I. ....	81
Tabela 17 – Volumes definidos para formação de misturas de argila após cálculo prévio do “resíduo” retido nas argilas “gordas” e “magras”.....	82
Tabela 18 – Resultados dos ensaios físicos para as misturas de argilas. ....	83

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 01 – Correlação dos resultados químicos de SiO <sub>2</sub> (coluna da direita), K <sub>2</sub> O e CaO (coluna da esquerda) com as amostras obtidas em cada sub-bacia.....	65
Gráfico 02 – Percentual de “resíduo” retido na peneira 325 mesh (0,044 mm). Símbolos: círculo = argila “gorda”, quadrado = argila “magra”. .....	73
Gráfico 03 – Análise do percentual relativo de grãos nas faixas de 2 mm, 0,71mm, 0,355 mm, 0,177 mm, 0,149 mm e fundo (0,044 mm), em relação aos percentuais retidos na peneira 325 mesh (0,044 mm), apresentados no Gráfico 02. Dados da amostra L considerados não representativos. Símbolos: círculo = argila “gorda”, quadrado = argila “magra”. .....	73
Gráfico 04 – Limites mínimos tracejados para tensão após secagem e após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e telhas (linhas tracejadas) e telhas, segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Percebe-se a queda acentuada da resistência da amostra G após a queima, inviabilizando-a na aplicação para telhas ou tijolos. Valores em Kgf/cm <sup>2</sup> . .....	77
Gráfico 05 – Dados de fluorescência de raios X para as amostras G e I. ....	77
Gráfico 06 – Resultados de absorção d’água e porosidade aparente para as amostras G e I. ....	79
Gráfico 07 – Prognóstico de extrusão das argilas, conforme os Limites de Atterberg.....	81
Gráfico 08 – Comparação dos resultados do teste de TRF após secagem à 110° C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em Kgf/cm <sup>2</sup> . .....	84
Gráfico 09 – Comparação dos resultados do teste de TRF após queima a 950° C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em Kgf/cm <sup>2</sup> . .....	84
Gráfico 10 – Comparação dos resultados do teste de absorção d’água após queima a 950°C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em %. .....	85
Gráfico 11 – Resultados de TRF para a amostra G e sua respectiva mistura GH comparados com os limites mínimos para tensão após secagem e após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e telhas (linhas tracejadas), segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Valores em Kgf/cm <sup>2</sup> . .....	86
Gráfico 12 – Resultados de TRF para a amostra G e sua respectiva mistura GH comparados com os limites mínimos para tensão após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e	

telhas (linhas tracejadas), segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Valores em Kgf/cm <sup>2</sup> . .....	86
Gráfico 13 – Gráfico de dispersão comparativo entre o somatório dos componentes refratários das argilas “gordas” e a TRF de suas misturas. ....	87
Gráfico 14 – Comparação dos resultados para as misturas de argilas, nos testes de retração linear (escala da direita), perda ao fogo e porosidade aparente (escala da esquerda), todos após queima a 950° C. Dados em %. ....	88
Gráfico 15 – Comparação dos resultados para as misturas de argilas dos testes de “resíduo” retido na peneira 325 mesh com os dados de porosidade aparente, absorção d’água e massa específica aparente após queima a 950° C. Dados em %. Escala do teste de massa específica aparente à direita. ....	89

## 1 INTRODUÇÃO

A indústria cerâmica do Ceará tem se destacado no cenário nacional, com um faturamento anual da ordem de um bilhão de reais, sendo o maior do Nordeste e o quinto do Brasil (atrás apenas de Minas Gerais, Paraná, Rio Grande do Sul e São Paulo) em um setor que emprega diretamente cerca de 20.000 pessoas (DIÁRIO DO NORDESTE ONLINE, 2012).

Na Região Metropolitana de Fortaleza (RMF) é perceptível a existência de várias dessas empresas, que fornecem material cerâmico principalmente para o mercado local, direcionado para fabricação de tijolos. Dados de IEL (2012) apontam que somente nos municípios da RMF foram cadastradas 68 cerâmicas, correspondendo a 16% do número de empresas ceramistas do Estado. Para realização desse cálculo foram consideradas as cerâmicas cadastradas nos municípios de Cascavel, Chorozinho e São Gonçalo do Amarante, que não foram incluídos no contexto da RMF no referido trabalho do IEL.

Essas empresas cerâmicas além de contribuírem para a economia da região com a geração de empregos, também cooperam com o pagamento de tributos e compensações, com destaque para a Compensação Financeira de Exploração Mineral (CFEM), que no ano de 2013 (Tabela 01), foram arrecadados mais de 50 mil reais com a exploração de argila nos municípios de Aquiraz, Cascavel, Caucaia, Chorozinho e São Gonçalo do Amarante, não sendo identificado recolhimento de CFEM nos demais municípios da RMF.

Tabela 01 – Produção de argila x CFEM arrecadada na Região Metropolitana de Fortaleza, no ano de 2013.

<b>Município</b>	<b>Produção (ton)</b>	<b>CFEM (R\$)</b>
Aquiraz	301.934,06	15.591,39
Cascavel	87.435,00	21.429,33
Caucaia	83.338,22	12.432,38
Chorozinho	20.558,80	1.044,44
São Gonçalo do Amarante	71.650,60	3.909,90
Total	86.604,96	54.407,44

Fonte: DNPM (2014).

Após uma série de visitas em algumas dessas indústrias cerâmicas na região, foi identificado que em vários casos existe a necessidade de reaproveitamento do produto após a

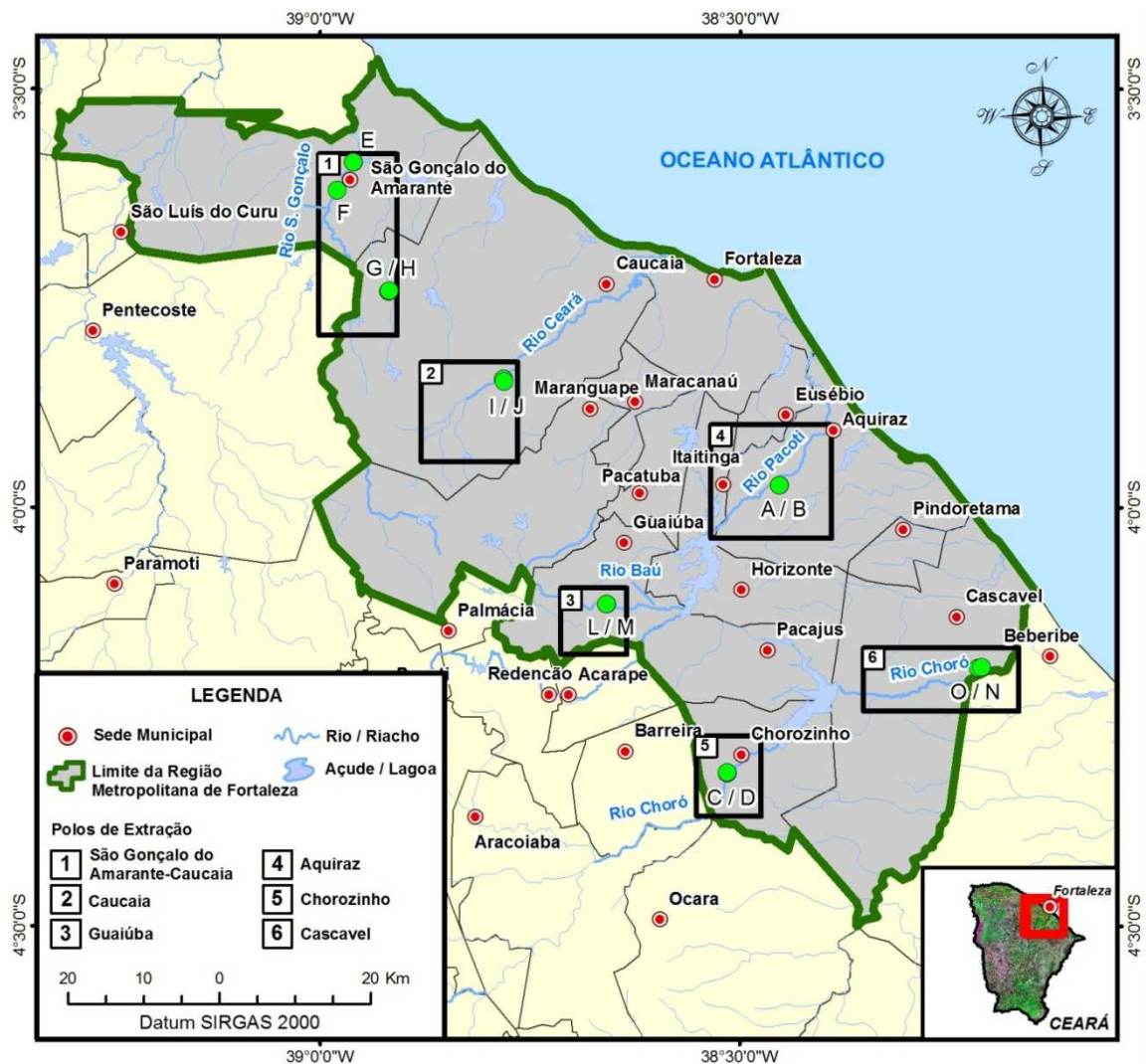
queima, por não atender as especificações do mercado. Isso decorre na maioria das vezes devido à proporção de mistura da matéria-prima introduzida no processo ser inadequada, principalmente pela falta de conhecimento de suas características, o que implica no retrabalho, consumo adicional de energia, acúmulo de resíduos, subutilização dos equipamentos e mão-de-obra. Conseqüentemente, aumento nos custos de produção e repasse aos clientes.

O objetivo principal desta pesquisa foi caracterizar tecnologicamente as argilas utilizadas em algumas cerâmicas da Região Metropolitana de Fortaleza em ambiente controlado, com o intuito de fornecer subsídios para melhoria do processo utilizado nas indústrias ceramistas da região. Como objetivos específicos, buscou-se caracterizar física, química e mineralogicamente as argilas plásticas das jazidas de seis empresas de diferentes municípios da Região Metropolitana de Fortaleza, bem como avaliar a qualidade da massa argilosa utilizada por essas empresas na fabricação de tijolos, e estudar a viabilidade da aplicação desse material na produção de telhas.

## **1.1 Área de estudo**

A área de estudo foi definida com base na concentração de indústrias cerâmicas existentes na Região Metropolitana de Fortaleza (Capítulo – *Materiais e Métodos*), onde as mesmas foram agrupadas em polos (Figura 01). Em cada polo foi selecionada uma empresa para coleta de amostra da argila utilizada em sua produção de tijolos.

Figura 01 – Polos cerâmicos utilizados para delimitação da área de estudo na Região Metropolitana de Fortaleza, destacando as áreas onde foram coletadas as amostras em cada polo.



Fonte: Autor.

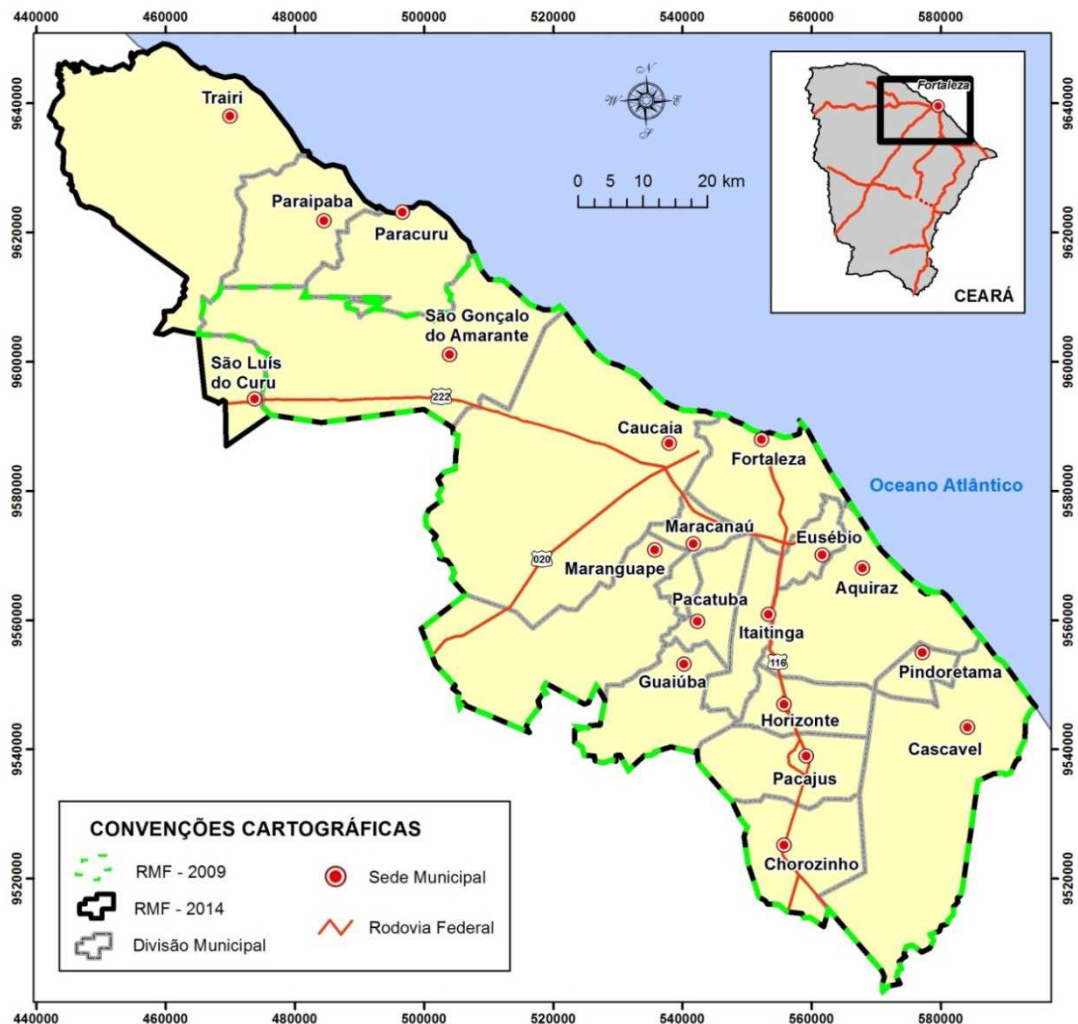
## 1.2 Localização

A Região Metropolitana de Fortaleza está localizada no Nordeste do Estado do Ceará, tendo sido criada pela Lei Complementar Federal nº 14, de 8 de junho de 1973, cuja formação inicial compreendia os municípios de Fortaleza, Caucaia, Maranguape, Pacatuba e Aquiraz, sendo acrescida ao longo dos anos pelos municípios de Maracanaú (1983); Eusébio (1987); Itaitinga e Guaiúba (1992); Chorozinho, Pacajus, Horizonte e São Gonçalo do Amarante (1999) e Pindoretama e Cascavel no ano de 2009. Atualmente a RMF conta com 19

municípios, após a inclusão de Paracuru, Paraipaba, Trairi e São Luís do Curu em 2014 (WIKIPÉDIA, 2015).

O presente trabalho teve início no ano de 2013, quando a configuração da RMF não abrangia os municípios de Paracuru, Paraipaba, São Luís do Curu e Trairi, inseridos na estrutura desta em 2014 (durante o período de execução do estudo). Desse modo, optou-se por dar continuidade à pesquisa na área da RMF limitada pela configuração anterior a 2014, conforme apresentado na Figura 02.

Figura 02 – Mapa de localização da Região Metropolitana de Fortaleza utilizada neste trabalho (tracejado verde) em comparação com a atual configuração da RMF.



Fonte: Autor.

### 1.3 Aspectos fisiográficos

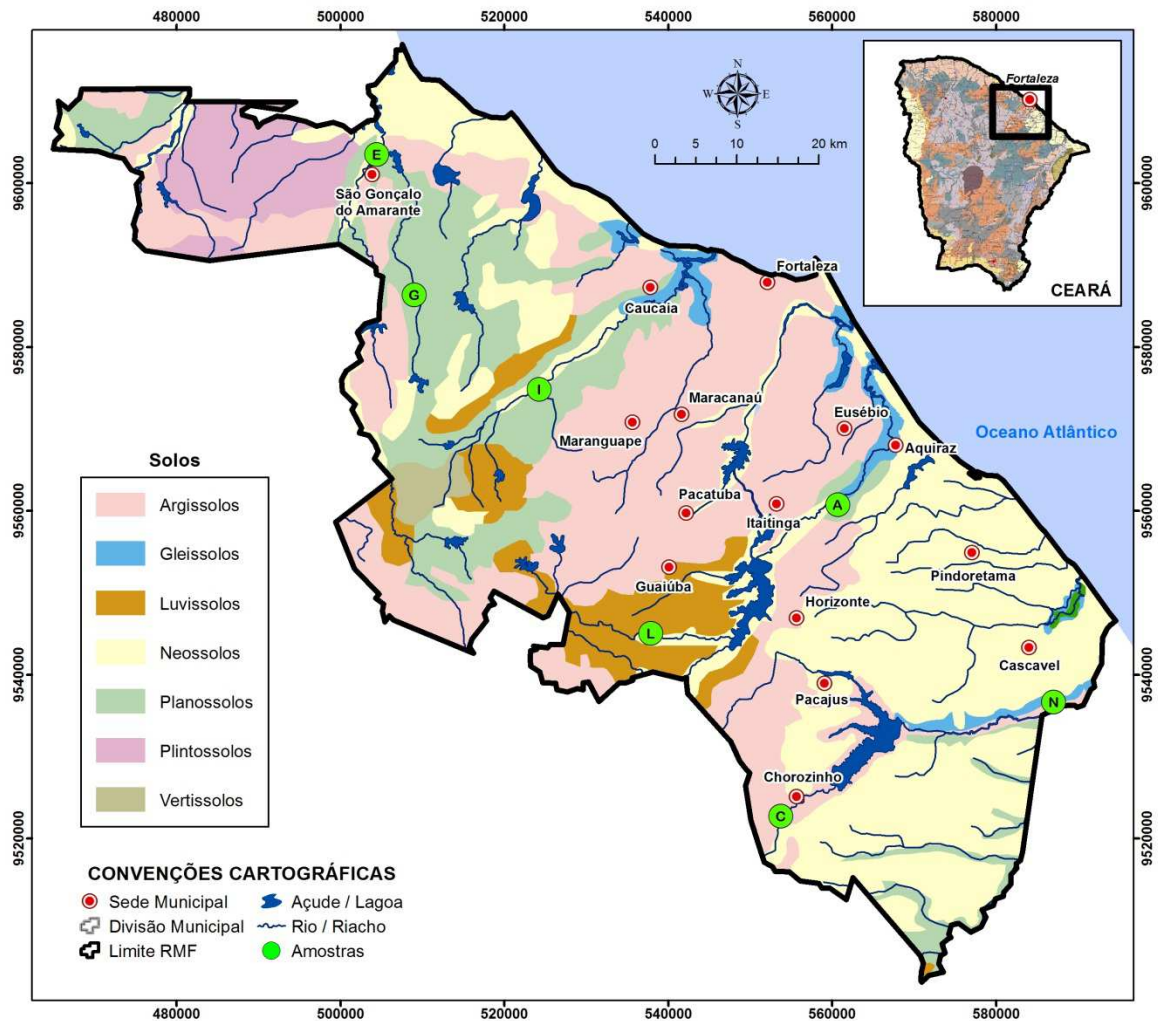
Geomorfologicamente, a RMF é formada por relevos classificados como Depressão Sertaneja, Tabuleiros Pré-Litorâneos, Maciços Residuais, Planícies Fluviais/Flúvio-Marinhas, contando ainda com Campos de Dunas e Faixas Praiais, notando-se também a presença de *necks* exumados. São nas planícies flúvio-marinhas onde ocorrem depósitos de sedimentos argilosos ricos em matéria orgânica, representados principalmente pelos estuários de rios com maior porte (Cocó, Ceará e Pacoti), cuja formação se desenvolveu pela ação conjunta de processos continentais e marinhos (BATISTA, 2010).

Brasil (1998) denomina de planície litorânea as feições de relevo com altitudes inferiores a 200 m e depressões sertanejas as cotas de até 400 m, enquanto que os sedimentos da Formação Barreiras são abordados no contexto dos glaciais pré-litorâneos. As Serras de Pacatuba e Maranguape são definidas no referido trabalho como maciços residuais com cotas de até 700 m, onde, de modo semelhante, Brandão (1995) identifica as mesmas elevações como relevos residuais, desenvolvidos após uma erosão diferencial em relação ao rebaixamento das áreas gnáissicas circundantes.

Com relação aos solos da RMF os mesmos são caracterizados pela pouca profundidade e deficiência hídrica (o que favorece a hidrólise parcial dos sedimentos e consequente formação de argilominerais). Batista (2010) apresenta as principais classes de solos da RMF, representadas na Figura 03.

- a) Porção Central: predomínio de classes de Argissolos, que são caracterizados por apresentarem horizonte B textural imediatamente abaixo do A ou E, com argila de atividade baixa ou com argila de atividade alta conjugada com saturação por bases baixa e/ou caráter alítico na maior parte do horizonte B;
- b) Porção Oeste: Planossolos cujo horizonte A ou E é seguido de horizonte plânico;
- c) Faixa Leste: Neossolos Litólicos (solos pouco evoluídos, sem horizonte B);
- d) Campos de dunas: Neossolos Quartzarênicos;
- e) Planícies fluviais: Neossolos Flúvicos e seções variadas de Plintossolos, Vertissolos e Luvissolos.

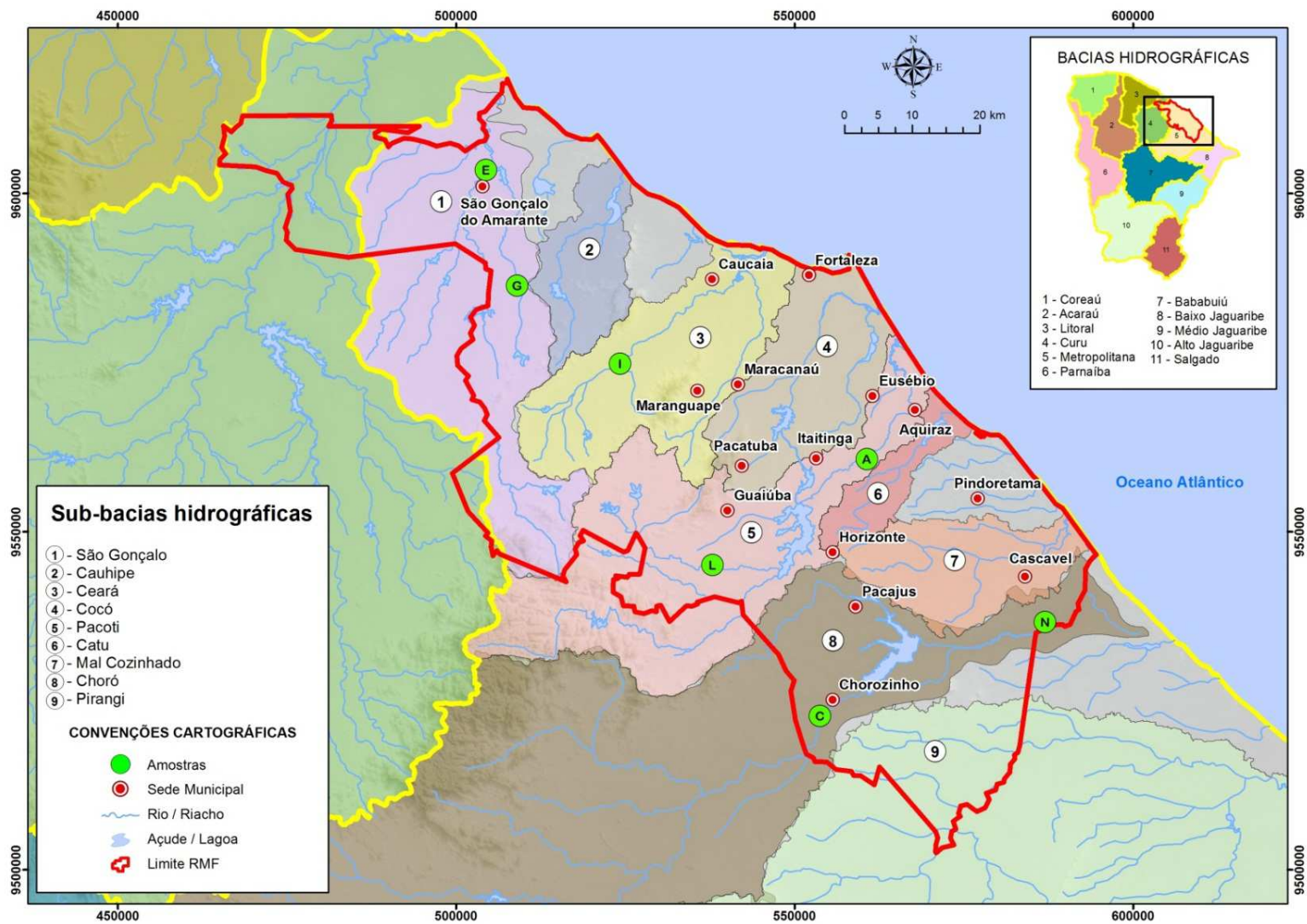
Figura 03 – Mapa representativo dos pontos de coleta de argilas “gordas” com relação aos principais solos da Região Metropolitana de Fortaleza.



Adaptado de Batista (2010).

No que diz respeito à Hidrografia na região, a Bacia Metropolitana está localizada na porção nordeste do Estado, drenando as áreas dos municípios da RMF, sendo por sua vez limitada ao sul pela bacia do rio Banabuiú, a leste pela bacia do rio Jaguaribe, a oeste pela bacia do rio Curu, e ao norte, pelo Oceano Atlântico, sendo constituída por várias sub-bacias independentes, destacando as sub-bacias dos rios Choró, Pacoti, São Gonçalo, Pirangi, Ceará e Cocó (Figura 04), principais coletores de drenagem da região. Os rios com maiores extensões são o Choró, com 200 km; o Pirangi, com 177,5 km; e o Pacoti, com 112,5 km, todos em sentido sudoeste-nordeste.

Figura 04 – Sub-bacias presentes na Região Metropolitana de Fortaleza relacionada neste projeto.



Fonte: Adaptado de SRH (2003).

Devido à presença de litologias do cristalino no alto e médio curso, os rios nestas áreas apresentam normalmente padrão de drenagem dendrítico e retangular, enquanto que no baixo curso verifica-se uma drenagem paralela e com baixa densidade, devido a Formação Barreiras e os cordões de dunas (INESP, 2009).

Referindo-se à pluviometria, ao se considerar que o período chuvoso da região ocorre principalmente entre os meses de janeiro a maio, é possível observar no médio curso do rio São Gonçalo uma média anual de aproximadamente 800 mm, enquanto que no litoral essa média é de até 1400 mm e no restante das bacias esse valor é em média de 1000 mm (FUNCEME, 2009 apud INESP, 2009).

Magalhães & Zanella (2011) com base em estudos de precipitações na RMF no período de 2001 a 2009 apontam para a existência de uma irregularidade anual de chuvas sobre a região, cuja principal concentração de chuvas ocorre sempre no primeiro semestre. Brandão (1998) *apud* Magalhães & Zanella (2011) apresenta um zoneamento pluviométrico na RMF, definindo uma a) zona predominante abarcando as áreas próximas do litoral, b) zona mais seca localizada na porção ocidental, e c) zona de clima localizado, em áreas de elevadas altitudes com ocorrência de chuvas orográficas que contribuem na ampliação da média pluviométrica anual entre 1.400 e 1.600 mm, valor corroborado por Brasil (1998), que destaca que essa média anual é da ordem de 1.350 mm.

O clima típico da região é o Tropical Quente Sub-úmido, com temperaturas entre 26°C e 28°C (INESP, 2009).

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Argilas

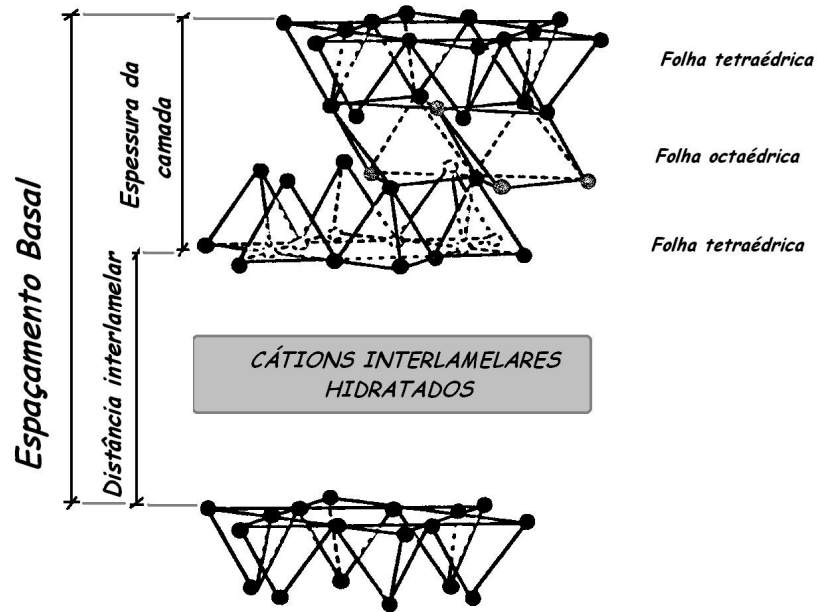
As argilas são componentes de solos residuais ou sedimentares, compostas principalmente por minerais de granulometria inferior a 0,002 mm e formadas em consequência da ação do intemperismo químico sobre rochas cristalinas e sedimentares, apresentando associações mineralógicas com influência da rocha intemperizada. Apresentam em sua composição química, silicatos hidratados de alumínio, ferro, metais alcalinos e/ou alcalino-terrosos, resultante de uma associação de minerais argilosos e não argilosos (como componentes das frações mais grosseiras, mas que também podem existir na fração < 0,002 mm) como quartzo, feldspatos, micas, óxidos e hidróxidos amorfos e cristalinos, carbonatos e sulfatos, além de matéria orgânica (ARAÚJO *ET AL.*, 2000; GOMES, 2002).

Apesar do tipo de rocha original ter influência no produto final, as condições externas são predominantes no tipo de argila resultante. A caulinita e a montmorillonita são formadas em condições de drenagem com menor eficiência, a partir da permanência de todo alumínio presente na composição dos feldspatos. Para origem da caulinita é necessária a saída de todo o potássio e da maior parte da sílica, enquanto que para formação da montmorillonita ocorre a eliminação quase que completa do potássio e de parte da sílica presente (OLIVEIRA & MEDEIROS, 1975).

Tanto a caulinita como a montmorillonita são formados por camadas de tetraedros e octaédros de silício e alumínio. O que os diferencia é a forma padrão observada na estruturação dessas camadas, onde a montmorillonita é constituída por uma folha octaédrica entre duas tetraédricas (estruturas 2:1), enquanto que na caulinita ocorre a presença de uma folha octaédrica e outra tetraédrica (1:1). As Figuras 05 e 06 mostram o esquema básico para estruturas 2:1 e 1:1, respectivamente.

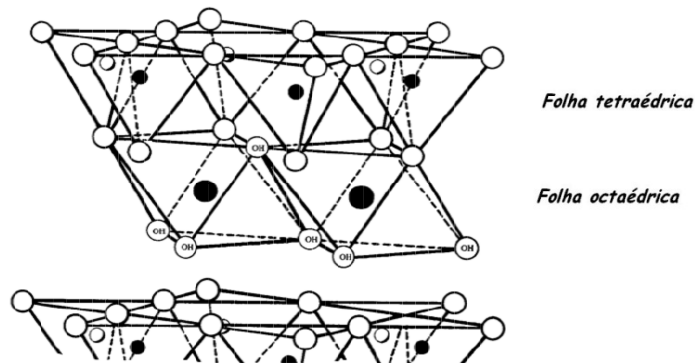
A illita (que também apresenta em sua estrutura uma camada octaédrica entre duas camadas tetraédricas – 2:1) é o argilomineral mais abundante nos xistos argilosos e nos argilitos, ocorrendo também em outras rochas sedimentares, incluindo o calcário. Pode formar-se pela alteração dos silicatos, particularmente do feldspato, pela modificação diagenética de outras argilas, pela degradação da moscovita ou ainda pela recristalização de sedimentos coloidais (LABOGEF, 2015).

Figura 05 – Esquema básico de estrutura para um argilomineral 2:1, representado por um camada octaédrica entre duas folhas tetraédricas.



Adaptado de Faria *et al.* (2000).

Figura 06 – Esquema básico de estrutura para um argilomineral 1:1, representado por uma camada tetraédrica e outra octaédrica.



Adaptado de Labogef (2015).

Devido as similaridades estruturais apresentadas, em alguns casos pode ocorrer a presença de uma estrutura de caulinita intercalada por outra de montmorillonita em um mesmo argilomineral, o que é denominado como interestratificação (Resende *et al.*, 2011). Essa estrutura híbrida resultante também é possível de ser observada com outros argilominerais, como illita-montmorillonita e illita-caulinita.

## 2.2 Ensaio de Caracterização da Argila para Aplicação na Indústria de Cerâmica Vermelha

A matéria-prima a ser utilizada na indústria cerâmica depende das características físico-químicas da argila explorada. Dada a grande quantidade de rochas que podem originar as argilas, assim como os processos de sua formação e seu grau de pureza, Araújo *et al.* (2000) definiram os principais produtos cerâmicos de acordo com base no tipo de argila utilizado na fabricação, o que pode ser observado na Tabela 02.

Tabela 02 – Produtos cerâmicos com base na matéria-prima.

<b>Cerâmica branca</b>	Caulim residual e sedimentar
<b>Cerâmica refratária</b>	Caulim sedimentar e argila refratária
<b>Cerâmica vermelha</b>	Argila de baixa plasticidade, contendo fundentes
<b>Cerâmica de louça</b>	Argila plástica, com fundentes e vitrificantes

Fonte: Araújo *et al.*, 2000.

Para a determinação das propriedades cerâmicas é necessário que sejam realizados diversos ensaios tecnológicos. Os resultados dessas análises podem ser aplicados na definição do tipo de produto cerâmico que pode ser fabricado com base nas características da matéria-prima. Os ensaios normalmente executados são análise do resíduo, ensaios físicos e plasticidade.

### 2.2.1 Análise do resíduo

Na indústria cerâmica, a fração composta pela matéria orgânica e pelos minerais na fração acima 0,044mm (325 mesh) é denominada resíduo. O percentual do resíduo deve ser baixo (menor que 30%), já que a alta quantidade deste é prejudicial no processo, interferindo na cor da cerâmica, densidade, sinterização, entre outros. Durante a extrusão do material, a maior quantidade de resíduo provoca um aumento no consumo de água para formação de uma massa plástica o suficiente para ser introduzida no equipamento de extrusão. Uma menor plasticidade na extrusão deriva no aumento da probabilidade de quebra do extrusado, sendo necessário que o mesmo seja reenviado para o início do processo, o que gera retrabalho. Além disso, a presença de minerais silicosos e ferromagnéticos sugere a aplicação de moagem preliminar e utilização de eletroímã para separação destes da matéria prima

utilizada no processo. Tais componentes propiciam o aumento do desgaste dos equipamentos por abrasão e conseqüentemente, maior tempo com manutenção preventiva / corretiva; menor vida útil do equipamento; subaproveitamento de mão de obra; aumento no consumo elétrico. Todos esses fatores impactam diretamente nos custos de produção e repasse do produto final ao consumidor.

Durante a queima, a mica, por ser leve, fica na superfície do material formando uma película que impede a passagem de calor e dificultando a sinterização, o que pode caracterizar uma menor resistência à flexão, sendo necessário o aumento da temperatura de queima e maior consumo de combustível.

A presença do calcário provoca estouros, fissuras, trincas e crateras na peça cerâmica devido à forte pressão exercida pelo gás carbônico (principalmente nas regiões onde se encontram as partículas mais grosseiras de calcário), após o aquecimento do material acima de 825 °C, o que gera óxido de cálcio e libera CO<sub>2</sub>. Após a queima essas partículas, quando hidratadas, se expandem e promovem rupturas até mesmo nas peças estocadas. Materiais com calcário devem ser moídos e normalmente são misturados a outras argilas para reduzir o nível de contaminação (Soares *et al.*, 2012; Nanum, 2015). Oliveira *et al.* (2011) destaca ainda que as moléculas de óxido de cálcio reagem com a água, no estado de vapor ou líquido, e transformam-se em hidróxido de cálcio [Ca(OH)<sub>2</sub>], o que gera tensões internas em múltiplos pontos, que atuando em conjunto são responsáveis pela falência estrutural das peças cerâmicas.

A presença de minerais com enxofre pode trazer sérios problemas ambientais, devido à liberação de SO<sub>2</sub> na atmosfera durante a queima no processo cerâmico.

### **2.2.2 Ensaios físicos**

Os ensaios físicos são utilizados para identificar as características da argila e o tipo de material que pode ser produzido na indústria de cerâmica vermelha. Os principais ensaios físicos são:

- ✓ Umidade de extrusão: quantidade de água necessária na argila para extrusão (conformação). A umidade de extrusão também influencia na análise de retração, pois a água existente na argila terá que sair durante os processos de secagem e queima;

- ✓ Retração após secagem e retração após queima: redução nas dimensões da peça decorrente dos processos de secagem e queima; a retração ocorre principalmente pela perda de água.
- ✓ Tensão de ruptura (TRF) após a secagem a 110°C e após a queima a 950°C: a TRF é a força por unidade de área necessária para romper um corpo, expressa em  $\text{kgf/cm}^2$  ou  $\text{mPa}$  ( $\text{N/mm}^2$ ). O cálculo da resistência mecânica permite ao ceramista identificar se as peças cerâmicas poderão ser trabalhadas ao longo do processo produtivo, sem que ocorra a quebra das mesmas. Para isso, tal análise é realizada após a secagem a 110°C e após a queima à temperatura de 950°C.
- ✓ Absorção de água: é a quantidade de água que a peça pronta absorve após imersão em água por 24 horas. Serve para se avaliar a sua utilidade (blocos devem ter uma absorção entre 8 e 22%, telha deve ter uma absorção de água entre 8 e 20% (Pinatti *et al.*, 2010));
- ✓ Perda ao fogo: é a diminuição de peso, até um valor constante, que indica uma perda de material devido ao aumento de temperatura. Indica o teor de matéria orgânica presente na argila e a quantidade de gás e vapor que são formados durante o aquecimento, resultantes da decomposição dos carbonatos e micas (Más, 2002 *in* Grun, 2007);
- ✓ Porosidade aparente: É a quantidade provável de poros que a peça possui após a queima a 950°C, quanto maior a porosidade aparente provavelmente maior será a absorção de água da peça;
- ✓ MEA (Massa Específica Aparente) é a massa da peça após queima a 950°C. É necessária principalmente na telha para que se possa dimensionar a grade onde a cobertura será colocada.
- ✓ Cor (Tonalidade) é a coloração da peça após sua queima a 950°C. Geralmente é a cor mais avermelhada que atrai o cliente.

Os limites mínimos para os ensaios de Tensão de Ruptura à Flexão após secagem a 110°C e após queima a 950°C, e o limite máximo para absorção de água após queima a 950°C realizados para uma massa cerâmica foram abordados por Santos (1989), e são apresentados na Tabela 03.

Tabela 03 – Limites mínimos para os ensaios de TRF após secagem a 110°C e após queima a 950°C, e limite máximo para absorção de água após queima a 950°C.

Ensaio	Tijolos Maciços	Tijolos Furados	Telhas
TRF da Massa seca a 110°C (Mínimo)	15 kgf/cm <sup>2</sup>	25 kgf/cm <sup>2</sup>	30 kgf/cm <sup>2</sup>
TRF da Massa após queima (Mínimo)	20 kgf/cm <sup>2</sup>	55 kgf/cm <sup>2</sup>	65 kgf/cm <sup>2</sup>
Absorção d'água após queima (Máximo)	-	25,0%	20,0%

Fonte: Santos (1989).

Oliveira & Medeiros (1975) realizaram diversas análises tecnológicas (umidade de moldagem, retração linear, módulo de ruptura, absorção d'água, perda ao fogo, porosidade aparente e densidade aparente) nas argilas lacustres da RMF, onde foi possível identificar a provável aplicação dessas argilas na indústria cerâmica (Tabela 04).

Tabela 04 – Aplicação provável das argilas lacustres da RMF.

Lagoa	Local	Uso provável
Lagoa do Carapió	4 km oeste Itaitinga	Cerâmica branca
Lagamar Coité	15 km NW Capuan	Baixa plasticidade / potencial para indústria cerâmica
Lagoa das Flores	2,5 km N Catuana	Cerâmica vermelha
Lagoa do Manoel Fernandes	4 km N Catuana	Cerâmica vermelha
Lagoa da Pavuna	9,5 km NW Itaitinga	Cerâmica branca
Lagoa dos Patos	6,5 km N Catuana	Cerâmica vermelha
Lagoa do Catu	3,5 km SE Aquiraz	Cerâmica vermelha e branca
Lagoa do Coité	Fortaleza	Cerâmica branca
Lagoa das Garças	1 km NNE Eusébio	Cerâmica branca
Lagoa dos Guaribas	2 km NNW Eusébio	Cerâmica vermelha
Lagoa do Genipapeiro	7 km SW Aquiraz	Cerâmica branca
Lagoa da Precabura	Messejana	Cerâmica vermelha

Fonte: Oliveira & Medeiros (1975).

### 2.2.3 Plasticidade da argila

É a propriedade característica das argilas quando úmidas, de serem deformadas sob pressão, mesmo quando esta cessa. Para identificação do índice de plasticidade, alguns ensaios são necessários, como o limite de liquidez e o limite de plasticidade. O limite de liquidez é definido pela quantidade máxima de água que transforma a massa plástica em suspensão fluída, enquanto o limite mínimo de plasticidade (ou água de esfarelamento) é a quantidade mínima de água onde a massa plástica perde sua plasticidade, tornando-se esfarelada. O índice de plasticidade (IP) é calculado subtraindo-se o limite de liquidez pela água de esfarelamento (PINATTI *ET AL.*, 2010).

Conforme o índice de plasticidade encontrado, a argila poderá ser definida como “material de capa”, onde a matéria-prima pode apresentar resultados desfavoráveis nos ensaios físicos; ou até excessivamente plásticas, apresentando dificuldade na secagem e podem gerar trincas durante o processo de secagem. A Tabela 05 apresenta a caracterização de certos tipos de argila de acordo com o seu índice de plasticidade.

Tabela 05 – Tipos de argila conforme o índice de plasticidade.

ÍNDICE DE PLASTICIDADE (%)	ARGILAS
19 a 25	Excessivamente plástica
17 a 18	Excelente
15 a 16	Boa
13 a 14	Regular
11 a 12	Fraca
5 a 10	Material de capa

Fonte: Pinatti *et al.* (2010).

A plasticidade do material argiloso interfere diretamente nos resultados de resistência à flexão e de contração linear (ambos após a secagem). Pinatti *et al.* (2010) apresenta a correlação entre esses ensaios, onde argilas mais plásticas tendem a apresentar maiores resistências e retrações após a secagem e as argilas montmorilloníticas possuem resistências superiores a 80 kgf/cm<sup>2</sup> (Tabela 06). De modo semelhante, Gomes (2002) relata que argilas ilíticas e esmectíticas apresentam resistências acima de 70 kgf/cm<sup>2</sup>, com as argilas esmectíticas demonstrando retrações mais elevadas (15-23%) e as argilas cauliníticas e ilíticas proporcionando retrações muito mais baixas, apesar de não especificar valores.

Tabela 06 – Correlação da plasticidade das argilas com os resultados esperados para os testes de resistência à flexão e retração linear após secagem.

<b>PLASTICIDADE</b>	<b>RESISTÊNCIA À FLEXÃO APÓS SECAGEM</b>	<b>RETRAÇÃO LINEAR APÓS SECAGEM</b>	<b>OBSERVAÇÕES</b>
Pouco Plástica	Até 30 kgf/cm <sup>2</sup>	3 a 5%	Argilas caulínicas. Misturar com outras de granulometria fina.
Plasticidade Normal	30 a 60 kgf/cm <sup>2</sup>	4 a 7%	Argilas ílíticas
Plasticidade Alta	60 a 80 Kgf/cm <sup>2</sup>	7 a 9%	Argilas ílíticas /montmoriloníticas.
Plasticidade muito Alta	80 a 140 kgf/cm <sup>2</sup>	8 a 11%	Argilas montmoriloníticas. É quase imprescindível desplastificar.

Adaptado de Pinatti *et al.* (2010).

Com base nos dados de índice de plasticidade e limite de plasticidade é possível identificar o potencial de extrusão de uma argila, segundo os limites de Atterberg. As argilas devem apresentar um IP mínimo de 10%, pois valores menores podem ser problemáticos para o processamento cerâmico ocasionando mudança na consistência da massa cerâmica (VIEIRA & PINHEIRO, 2011).

## 2.3 Identificação químico-mineralógica

### 2.3.1 Análise por difração de raios - X

A difração de raios X é a técnica mais indicada para determinação de fases cristalinas presentes nos materiais cerâmicos, pela facilidade e rapidez do método, além da possibilidade da análise de materiais compostos por mistura de fases. Outro ponto a ser destacado é o nível de confiança do método, pois cada perfil de difração obtido é específico para uma determinada fase cristalina. Com a técnica da difração do pó, materiais inorgânicos podem ser analisados pelos métodos de análise qualitativa e quantitativa de fases, determinação dos parâmetros e rede cristalina, refinamento estrutural, estudo de defeitos

cristalinos. Comparativamente, o método da análise química além de não ser adequado para caracterização das fases polimórficas, também não é possível identificar a forma como os elementos estão ligados (ALBERS *ET AL.*, 2002; SILVA, 2007).

Segundo Piccoli *et al.* (2009), a descoberta de que as argilas contêm material cristalino mineral que produzia padrões de difração de raios X, aliada ao melhoramento contínuo da instrumentação dessa técnica e do modo de preparo das amostras, juntamente com a definição de critérios para identificação e caracterização de fases cristalinas, contribuíram para um avanço significativo na caracterização das propriedades e da gênese do solo, que hoje tornou-se uma forte aplicação da técnica de difração de raios X.

Após os raios X incidirem sobre um átomo, a radiação é espalhada em várias direções. Nos minerais, os átomos estão organizados em planos cristalinos, cuja distância interplanar é da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X (SCAPIN, 2003). A difração ocorre como resultado da interferência construtiva desses raios após a incidência destes sobre os planos cristalográficos dos minerais segundo os índices de Miller, o que ocasiona um espalhamento na forma de ângulos definidos, segundo a Lei de Bragg:  $n \lambda = 2 d \sin \theta$ , onde:

$n$  = número inteiro

$\lambda$  = comprimento de onda incidente

$d$  = distância interplanar

$\theta$  = ângulo da difração

Os espaçamentos interplanares diagnósticos dos argilominerais decorrem do plano (001), embora outras reflexões como a (060) também sejam observadas. Normalmente aplica-se o método de orientação preferencial das partículas de argila para melhorar a intensidade dessas reflexões (PICCOLI *ET AL.*, 2009).

A difração de raios X pelo método do pó usa amostras finamente moídas que giram na direção de um feixe de raios X colimatado, enquanto o detector capta os raios difratados. A altura dos picos gerados a partir da difração é diretamente proporcional à intensidade da mesma, sendo possível obter desse modo o espaçamento interplanar pela fórmula da Lei de Bragg. A interpretação dos resultados é realizada pela comparação dos picos de difração obtidos a partir da interferência construtiva dos raios X sobre os planos cristalográficos, com os padrões previamente definidos para a distância interplanar dos

compostos, disponíveis no sistema ICDD da International Union of Crystallography. A intensidade do pico reflete o grau de cristalização do mineral (ALBERS *ET AL.*, 2002; PICCOLI *ET AL.*, 2009; SCAPIN, 2003; SILVA, 2007).

Com base nos resultados da análise de difração de raios X, Oliveira & Medeiros (1975) puderam descrever a predominância de argilominerais dos grupos da caulinita e montmorillonita nas amostras de argila lacustre recolhidas na Região Metropolitana de Fortaleza, com relativa presença de quartzo entre 5 e 10%.

Um contraponto dessa técnica é que o elevado teor de quartzo presente em algumas argilas pode dificultar a identificação das demais fases devido a grande intensidade dos picos formados por esse mineral. (ALBERS *ET AL.*, 2002). Outro fato relevante é que, Segundo Resende *et al.* (2011), a presença de quartzo na fração argila indicaria intensa liberação de sílica, o que favorece a presença de argilas 2:1.

### **2.3.2 Análise por fluorescência de raios - X**

A fluorescência de raios-X tem sido normalmente utilizada na determinação da composição química em materiais cerâmicos, por ser um processo rápido e preciso.

Para se produzir a fluorescência de raios X são incididos elétrons oriundos dessa radiação nas camadas próximas do núcleo dos átomos da amostra em análise, provocando uma série de vacâncias de elétrons, que à medida que vão sendo preenchidas por elétrons de camadas mais externas, emitem um espectro de raios X característico (fluorescência) que serão utilizados na identificação da composição química presente na amostra. (LEDERER *ET AL.*, 1967 *in* MORAES, 2004).

No método da pastilha prensada, a mesma é irradiada por curto período de tempo, aplicando-se uma alta intensidade de energia no tubo. A energia absorvida na amostra resulta na emissão de raios X característicos, cuja linha espectral é identificada pelo comprimento de onda específico para cada elemento. A intensidade e a posição de cada linha espectral difratada pelo cristal no espectrômetro são registradas por um aparelho contador de raios X, cujos resultados são comparados com um padrão previamente conhecido do mesmo elemento para identificação das substâncias presentes e suas respectivas proporções.

Os principais usos dessa técnica consistem na determinação da quantidade de elementos maiores, menores e traços em rochas, solos e sedimentos. A Tabela 07 apresenta a interpretação da análise química de uma argila, conforme sugerido por Más (2002) *in* Grun

(2007), demonstrando assim, a importância deste tipo de análise química para auxiliar na definição do uso mais adequado da cerâmica.

Tabela 07 – Interpretação de análise química de material argiloso.

COMPONENTE	CARACTERÍSTICA
óxido de sódio e potássio	agentes fundentes que conferem resistência mecânica quando sinterizados entre 950 e 1000°C
óxido de cálcio e magnésio	agentes fundentes que diminuem a refratariedade das peças; requerem moagem e temperaturas de sinterização próximas de 1100°C
sílica livre (areia)	reduz a plasticidade e retração; facilita a secagem; diminui a resistência mecânica;
alumina livre	aumento da refratariedade e redução da plasticidade e da resistência mecânica
óxido de ferro	cor vermelha ou amarelada na argila; diminui a retração e facilita a secagem, embora reduza a plasticidade e a resistência mecânica
óxido de titânio	tonalidade alaranjada
óxido de enxofre	provável presença de gesso
óxido de manganês	tonalidade marrom
carbonatos	ajudam no branqueamento das peças, diminuem a expansão e aumentam a porosidade

Fonte: Más, 2002 *in* Grun (2007).

Outro fator importante que deve ser levado em consideração em uma análise química quando o teor de álcalis ( $K_2O$  e  $Na_2O$ ) nas argilas é elevado. Tais elementos/óxidos são considerados fundentes quando presentes em uma composição cerâmica porque reduzem a temperatura de queima e a porosidade do produto. Estas duas condições são de grande importância para diversos produtos como cerâmica vermelha, cerâmica branca e placas cerâmicas, uma vez que além de baixar o custo na queima, reduzem a absorção de água e aumentam a resistência mecânica das peças (ABCERAM).

### 2.3.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Essa técnica permite a observação e a caracterização de diferentes tipos de materiais, a partir da emissão e interação de feixes de elétrons sobre uma amostra, sendo possível caracterizá-los do ponto de vista de sua morfologia e sua organização estrutural. Aliando a Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) com a Microscopia

Eletrônica de Varredura conseguimos, além da determinação qualitativa, a determinação semi-quantitativa da composição de uma amostra.

Segundo Dedavid *et al.* (2007), o princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela catódica cuja varredura está perfeitamente sincronizada com aquela do feixe incidente.

A emissão de um feixe de raios sobre a superfície de uma amostra produz vários tipos de sinais de radiação, tais como elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X, radiação catodoluminescente e elétrons absorvidos pela amostra.

No MEV um feixe de elétrons extremamente fino é usado para varrer a amostra. O sinal de imagem resulta da interação desse feixe com a superfície da amostra. A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando uma faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O feixe após ser acelerado pela alta tensão entre o filamento e o ânodo é focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas, onde produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores e convertidas em um sinal de vídeo. Já as ondas eletromagnéticas produzidas por esse feixe são utilizadas para efetuar análises físico-químicas (DEDAVID *ET AL.*, 2007).

Quando o equipamento possui sistema detector de energia dispersiva de raios X (EDS) o mesmo é capaz de gerar uma análise espectral de Raios X (EDS) da amostra diretamente sob o raio eletrônico, permitindo a obtenção de informações topográficas, cristalográficas e composicionais de forma rápida e simultânea da mesma área, sendo possível também a identificação mineral com base na informação composicional, zonação da partícula e localização de fases raras.

### 3 CONTEXTO GEOLÓGICO

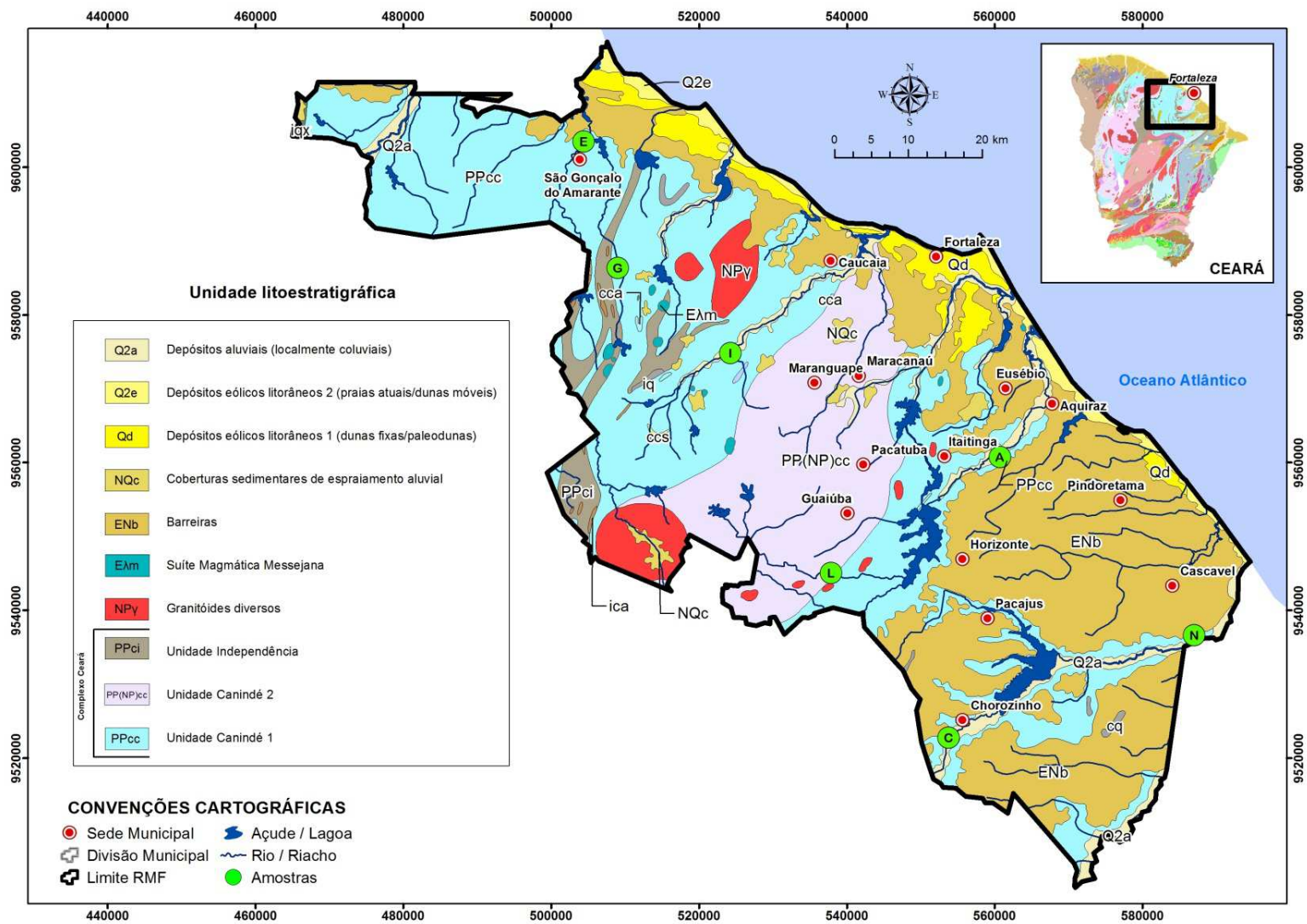
Geologicamente, a Região Metropolitana de Fortaleza está inserida no Domínio Tectônico Ceará Central, como parte do contexto geológico da Província Borborema (ALMEIDA *ET AL.*, 1977). Essa província faz limite com o Cráton São Francisco em sua porção sul e com a Bacia do Parnaíba à oeste, cuja formação é designada a partir da amalgamação de vários núcleos na transição Arqueano-Paleoproterozóico, tendo sua individualização geotectônica a partir do Jurássico, com a desagregação de Gondwana (MABESSONE, 2002). Já os limites do Domínio Ceará Central são definidos a oeste pelo Lineamento Transbrasiliano e a leste pelo Lineamento Senador Pompeu, segundo Fetter (1999), Ancelmi *et al.*, (2013) ou pelos Lineamentos Orós-Aiuaba, segundo Arthaud *et al.* (1998a). Sua história geológica teve início no Arqueano, cujas feições geológicas atuais foram completadas no final do Ciclo Brasileiro, após vários episódios de acreção crustal e ciclos orogenéticos. (ALMEIDA *ET AL.*, 2008).

Os litotipos da Região Metropolitana de Fortaleza são caracterizados estratigraficamente a seguir.

#### 3.1 Proterozóico

As rochas mais antigas na Região Metropolitana de Fortaleza são representadas pelo embasamento paleo-neoproterozóico do Complexo Ceará, nas Unidades Canindé e Independência. Utilizou-se na legenda a nomenclatura de Canindé 1 e 2 para elaboração do mapa geológico da RMF (Figura 07) adaptado de Cavalcante *et al.* (2003), apenas para facilitar a visualização dos litotipos presentes nessa Unidade. Neste sentido, a Unidade Canindé é observada, principalmente na porção oeste, composta por paragneisses migmatizados, ortogneisses ácidos e rochas metabásicas; lentes de quartzitos, metacalcários e rochas calcissilicáticas (Canindé 1), enquanto que na porção central da região, a referida Unidade é composta por granitóides neoproterozóicos cinzentos e rosados, gnaissificados ou não (Canindé 2).

Figura 07 – Mapa Geológico da Região Metropolitana de Fortaleza.



Adaptado de Cavalcante *et al.* (2003).

Já a Unidade Independência está caracterizada em parte da porção oeste da área, com paragneisses e micaxistos aluminosos (em parte migmatíticos) incluindo quartzitos, metacalcários, rochas calcissilicáticas e, mais raramente, anfíbolitos.

Brandão (1995) correlacionou os granitóides, migmatitos e gnaisses migmatíticos que ocorrem nas regiões de Maranguape, Pacatuba e norte do Maciço de Baturité com o Proterozóico Inferior, contextualizando-os como Complexo Granitóide-Migmatítico. Os mesmos corpos foram inseridos por Braga *et al.* (1977) no contexto do Complexo Tamboril-Santa Quitéria (CTSQ), sendo que Nascimento *et al.* (1981) se referiram ao Complexo Nordeste para representá-los (Tabela 08).

Tabela 08 – Esquema comparativo para as rochas graníticas-migmatíticas presentes na área, segundo trabalhos anteriores.

<b>Braga <i>et al.</i> (1977)</b>	<b>Nascimento <i>et al.</i> (1981)</b>	<b>Brandão (1995)</b>
Complexo Tamboril-Santa Quitéria (CTSQ)	Complexo Nordeste	Complexo Granitóide-Migmatítico
Predomínio de granitos e migmatitos.	Complexa associação litológica com predomínio de migmatitos, gnaisses migmatizados ou não, granitoides, calcissilicáticas, anfíbolitos, quartzitos, calcários, xistos, meta-arcóseos.	Conjunto ortoderivado predominante no centro da RMF; exclusão das rochas paraderivadas do Complexo Nordeste; dissociação desses terrenos com o CTSQ pela ausência de associações máficas/ultramáficas.

Fonte: Autor

Brasil (1998) apresenta o corpo ultrabásico Manoel Gonçalves, situado à borda oeste da serra de Maranguape, com composição típica de um piroxenito de tonalidade preto-esverdeada, cujas datações de K/Ar apresentadas em Braga *et al.* (1977) o relacionam ao final do Proterozóico Inferior.

Braga *et al.* (1977) definiram como Rochas Plutônicas Granulares todos os litotipos com características de formação em profundidade, agrupando-os em granitoides, gabróides e sienitos, seguindo o modelo proposto em Campos *et al.* (1976). Brandão (1995) sugere que tais rochas granítico-granodioríticas, concordantes com a estruturação regional NNE-SSW são relacionadas ao Evento Brasileiro e suas fases deformacionais, classificando

esses corpos plutônicos de modo semelhantemente às divisões apresentadas em Gomes *et al.* (1981), com base nas fases de magmatismo brasileiras.

- a) Granitos cedo a sintectônicos: pequenos corpos ortognáissicos identificados ao longo da RMF, dispostos segundo a foliação regional NNE-SSW;
- b) Granitos tardi a pós-tectônicos: Serrotes de Itaitinga, Cachoeira, Baú, Jatobá e um corpo situado nas proximidades de Água Verde.
- c) Granito pós-tectônico: Corpo semicircular de dimensões batolíticas no extremo sudoeste da RMF.

### 3.2 Terciário

Na Região Metropolitana de Fortaleza o Terciário está representado principalmente pela Formação Barreiras (indiviso), que abrange quase que totalmente sua porção Leste e as proximidades da extensão litorânea, anterior à zona de dunas/paleodunas. A Formação Barreiras é composta por arenitos argilosos amarelos, vermelhos e esverdeados com matriz argilo-caulínica e cimento argiloso, ferruginoso e, às vezes, silicoso; sua granulação varia de fina a média, com leitos conglomeráticos e nódulos lateríticos na base (CAVALCANTE *ET AL.*, 2003). Normalmente é identificada de forma contínua ou parcialmente recoberta por sedimentos eólicos, apesar de ser observada como Falésias (Iparana) e sobre o embasamento cristalino. Apresenta largura e espessura variáveis, com espessamento em direção à costa. (BRANDÃO, 1995; BRASIL, 1998).

O magmatismo terciário é representado pela Suíte Magmática Messejana, anterior a Formação Barreiras, com pequenos corpos de tefritos, fonolitos, traquitos, tufos alcalinos e essexitos porfiríticos, ocorrendo associados (porção centro-oeste da área) ou isoladamente (proximidades do cruzamento do anel viário com a BR-116) e pelas rochas vulcânicas alcalinas identificadas pelos necks ou plugs circu-elipsoidais dos serrotes de Salgadinho, Pão de Acúcar, Preto, Japarara, Ancuri e Cararu, bem como pelos diversos diques alcalinos encontrados pela RMF, caracterizados como fonólitos, traquitos, tufos e essexitos. Esses necks são comumente relacionados ao vulcanismo do Atol das Rocas e de Fernando de Noronha (ALMEIDA, 1958; BRAGA *ET AL.*, 1977; BRANDÃO, 1995; BRASIL, 1998; CAVALCANTE *ET AL.*, 2003).

### 3.3 Quaternário

Os litotipos do Quaternário são observados:

- 1) Próximos às planícies de inundação dos rios cujo material foi denominado como Coberturas sedimentares de espriamento aluvial (inclui capeamentos de planaltos e coluviões holocênicas), compostos por sedimentos argilo-arenosos e areno-argilosos, de tons alaranjado, avermelhado e amarelado, que podem apresentar-se, em certos locais, cascalhosos e laterizados na base (geralmente, o cimento é argiloso e ferruginoso) de ambiente fluvial;
- 2) Na zona litorânea da área, com os Depósitos eólicos litorâneos de: a) dunas fixas e paleodunas, formados por areias de granulação fina a média, raramente siltosas, quartzosas ou quartzo-feldspáticas, bem selecionadas, de tonalidades cinza-clara e alaranjada no topo, e avermelhadas na base (inconsolidadas ou consolidadas) de ambiente eólico litorâneo; e b) praias atuais/dunas móveis que incluem, localmente, sedimentos flúvio-marinhos como areias esbranquiçadas, quartzosas, de granulometria variável, bem classificadas, em corpos maciços ou com partes exibindo arranjos estratiformes, onde ocorrem leitos mais escuros com concentrações de minerais pesados (somam-se níveis de cascalhos e outros com marcante estratificação cruzada), além de fácies com fragmentos de matéria orgânica e de conchas, formado em um ambiente eólico marinho e flúvio-marinho.

#### 3.3.1 Coberturas colúvio-eluviais

Segundo a coluna estratigráfica proposta por Brandão (1995), essas coberturas foram formadas no final do Terciário, início do Quaternário, como resultado da decomposição/lixiviação das rochas do embasamento, constituído de sedimentos areno-argilosos, de granulometria fina a média, matriz areno-argilosa caulinítica e cimento argiloso, ferruginoso ou argilo-ferruginoso.

#### 3.3.2 Paleodunas

São sedimentos costeiros de composição quartzosa ou quartzo-feldspática e granulometria fina a média, que ocorrem de modo quase que contínuo nas proximidades da linha de costa. Estão posicionados sobre a Formação Barreiras e por vezes recobertos pelas dunas recentes (BRASIL, 1998).

### **3.3.3 Dunas móveis**

Conforme exposto em Brandão (1995) e Brasil (1998), são sedimentos inconsolidados, depositados de modo contínuo e paralelo à linha de costa, com largura média entre 2 e 3 km e espessuras de até 30 m, compostos por areias quartzosas finas a médias. Em comparação às paleodunas, as dunas móveis são comumente desprovidas de vegetação (podendo ocorrer a flora herbácea), enquanto as primeiras apresentam normalmente vegetação fixadora (dunas edafizadas).

### **3.1.3.4 Depósitos fluvio-aluvionares / mangues**

São sedimentos compostos por areia, cascalho, silte e argila com ou sem matéria orgânica, depositados nas zonas de influência dos cursos fluviais, lacustres e estuarinos recentes (BRASIL, 1998). Dependendo do terreno de deposição, suas características podem ser (BRANDÃO, 1995):

- a) Terrenos cristalinos - cursos d'água controlados por falhas e fraturas formando depósitos com faixas estreitas e sedimentos de granulometria grossa nos canais ativos e finos nas planícies de inundação.
- b) Terrenos sedimentares - depósitos mais possantes, com retrabalhamento da Formação Barreiras e dunas, com sedimentos contendo areias finas, siltes e argilas.
- c) Lagoas - sedimentos pelíticos e matéria orgânica (MO) em abundância; camadas de diatomito nas lagoas costeiras
- d) Estuários - depósitos siltico-argilosos com alta concentração de MO; contato água doce/salgada proporciona floculação de argilas e permite formação de manguezais.

As argilas desses depósitos estuarinos são normalmente de coloração entre cinza-escuro a esverdeada, na maioria das vezes pouco arenosas e contendo impurezas orgânicas e ferruginosas. São identificadas em cotas elevadas de 2 a 4 metros acima do leito do rio em um processo constante de retrabalhamento, sobrepostas a uma camada de areia grossa de um provável paleocanal do rio. (BRASIL, 1998; CEMINAS, 1986).

As argilas objeto desse estudo fazem parte desses depósitos aluvionares, cuja matéria-prima é utilizada para fabricação de tijolos na Região Metropolitana de Fortaleza. No levantamento realizado por CEMINAS (1986) foram delimitadas áreas potenciais para exploração de argila a partir dos depósitos aluviais nas margens dos rios Ceará, Cauípe e São Gonçalo, cuja reserva estimada seria superior a 60 milhões de m<sup>3</sup>.

- a) Rio Ceará: Espessuras de 0,20 m - 4,30 m e média de 1,40 m;
- b) Rio Cauípe: Espessura quase constante de 1,00 m em uma área aproximada de 1 km<sup>2</sup>;
- c) Rio São Gonçalo: Espessura média de 1,40 m, com mínima de 0,20 m e máxima de 3,80m.

BRASIL (1998) destaca ainda a presença de um pacote argiloso na localidade de Riachão (Pacatuba) contendo 900.000 toneladas medidas, cuja espessura varia entre 0,50 e 3 metros (média de 1,70 m) e uma segunda camada de argila identificada na Fazenda Itaúba (Aquiraz) com 535.680 toneladas medidas, espessura entre 0,30 e 1,80 metros e média de 0,90 m.

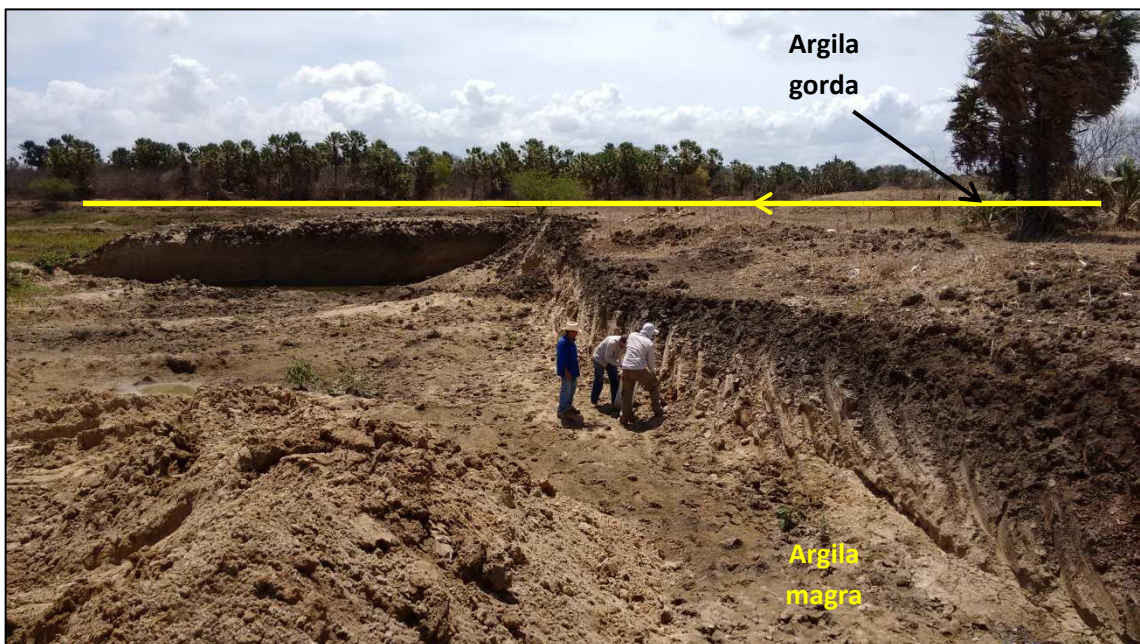
## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

A matéria-prima utilizada na indústria cerâmica é comumente definida pela distinção entre duas qualidades do material argiloso. O primeiro tipo é reconhecido como argila “*gorda*” (ou *forte*) cujas características são mais plásticas e a quantidade de alumina permite maior deformação durante o processo de queima. Por apresentar maior quantidade de grãos mais finos, conseqüentemente seu resíduo possui menor expressão na massa cerâmica. O segundo tipo é representado pela argila “*magra*” (ou *fraca*), cujo excesso de minerais quartzo-feldspáticos (resíduo) define uma maior porosidade e maior fragilidade no cozimento (Figura 08).

Durante as etapas de produção as argilas “*gordas*” normalmente não são utilizadas de forma isolada na fabricação de materiais cerâmicos devido à sua alta plasticidade, que ocasiona em alguns casos a fissura do produto após a secagem ou à queima. Sendo assim, é comum serem utilizadas proporções de mistura de massas entre argilas “*gordas*” e “*magras*”, de modo que o resultado dessa mistura atenda às condições físicas exigidas durante o processo produtivo.

Figura 08 – Perfil de horizontes com características de argila “*gorda*” e “*magra*”.



Fonte: Autor.

## **4.2 Métodos**

A metodologia utilizada nesta pesquisa foi definida com base nas seguintes etapas:

1. Levantamento bibliográfico
2. Seleção de áreas-alvo para coleta de amostras para realização dos ensaios físicos, químicos e tecnológicos.
3. Amostragem e codificação das amostras
4. Caracterização químico-mineralógica da argila
5. Caracterização tecnológica da argila
6. Análise e interpretação dos resultados
7. Conclusões e recomendações

### ***4.2.1 Etapa I. Levantamento bibliográfico***

Para levantamento das informações utilizadas na estruturação desta pesquisa foram compilados estudos encontrados em teses, dissertações, livros, artigos publicados em periódicos e demais publicações. Esse referencial teórico forneceu subsídios para facilitar o entendimento sobre os aspectos que envolvem a caracterização tecnológica de materiais argilosos para produção de cerâmica vermelha, complementada pela abordagem das peculiaridades que envolvem a composição dos materiais argilosos e os ensaios para caracterização química, física, mineral e tecnológica. Além disso, uma análise das formações rochosas encontradas na área, juntamente com a identificação dos principais rios que cortam essas formações e os tipos de solos característicos favorecem a interpretação das associações mineralógicas presentes nas argilas da região.

### ***4.2.2 Etapa II. Seleção de áreas-alvo para coleta de amostras para realização dos ensaios de caracterização.***

Para a seleção de áreas-alvo, foram levados em consideração os seguintes fatores:

- a) Maior concentração de cerâmicas, para estruturação de polos na RMF;

A etapa de seleção de áreas para coleta de amostras envolveu o levantamento das cerâmicas identificadas no cadastro de Brasil (1998) e através da fotointerpretação de imagens de satélite Google Earth Pro. Tais imagens também foram utilizadas para localizar as áreas licenciadas para argila no cadastro mineiro do DNPM, sugestivas de extração ativa. Após a disposição das cerâmicas no software ARC GIS 10.1 foi possível verificar onde havia um maior número de cerâmicas próximas entre si e assim agrupá-las em polos dentro da RMF (Figura 01).

- b) Cerâmicas com áreas de licenciamentos de argila ativos no Cadastro Mineiro do DNPM;

Foi realizado um levantamento prévio dos licenciamentos de argila ativos no Cadastro Mineiro do DNPM para identificar as áreas passíveis de retirada de amostras, evitando que a amostragem fosse executada em áreas irregulares quanto ao órgão competente (Figura 09).

Figura 09 – Área de extração de argila em um licenciamento do DNPM (área delimitada com linha vermelha) e próxima a uma cerâmica.



Fotointerpretação a partir de imagem de satélite Google Earth.

- c) Cerâmicas com maiores potenciais de produção em cada polo;

Em cada polo as empresas foram analisadas segundo sua produção mensal, dado considerado importante por discriminar maior representatividade da empresa na construção civil da RMF e um maior consumo de argila.

- d) Cerâmicas com maior nível de conhecimento sobre as características da matéria-prima;

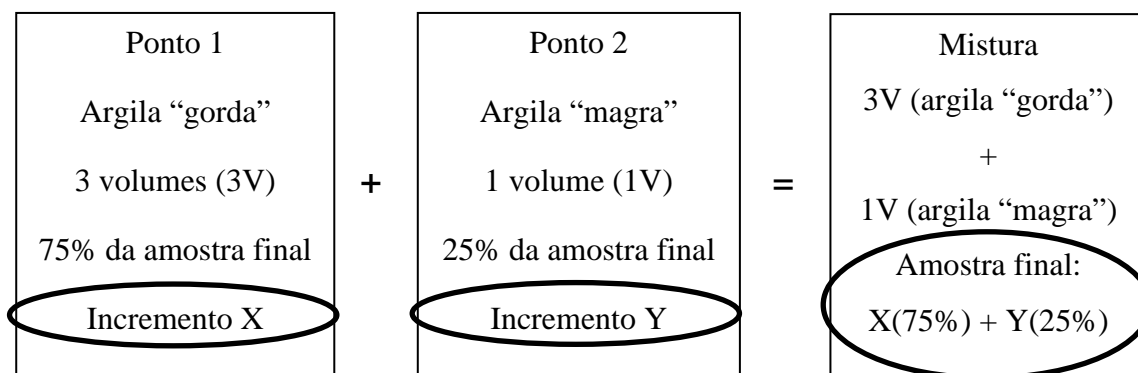
Durante a fase de visita às empresas questionava-se quanto à realização de algum tipo de análise antes do material ser enviado ao caixão alimentador. Na grande maioria dos casos o material é selecionado apenas pela perícia de um técnico, que pela observação da coloração e textura da argila, determina a proporção de argila gorda e argila magra a serem misturadas, como três partes de argila gorda e uma parte de argila magra, ou três partes de argila magra para uma gorda. Vale atentar que em ambos os casos a expressão utilizada é “três pra um” (3:1) e que dependendo da empresa cerâmica essa proporção pode ser “quatro pra um”, ou “cinco pra um”, ou ainda outras proporções.

Em alguns casos esse processo ocorre por tentativa e erro, onde o resultado do produto extrusado ou mesmo já queimado determina uma maior ou menor dosagem de argila gorda ou magra. Algumas empresas, pela experiência adquirida, já estabeleceram proporções a serem utilizadas na produção. Nesse caso cabe ao perito organizar o estoque para atender à respectiva especificação. Somente em duas empresas foi observada a realização de análise granulométrica prévia para quantificação do resíduo e por sua vez, definição da proporção dos componentes na mistura, sendo que uma dessas empresas está situada no município de Chorozinho. A segunda empresa, situada no município de Caucaia, informou que não seria possível fornecer amostra para realização dos ensaios, por motivos particulares.

#### ***4.2.3 Etapa III. Amostragem e codificação de amostras para envio ao laboratório.***

Após a definição das empresas em cada polo onde seriam realizadas as coletas das amostras, solicitou-se o acompanhamento do técnico responsável pela formação da mistura para informar os locais onde cada componente foi extraído para formação do estoque do período 2014/2015. Nesse caso cada argila foi coletada na forma de incremento, onde o incremento X seria relacionado ao volume de argila “gorda” e o incremento Y ao volume de argila “magra”, conforme a proporção necessária para formação da mistura que seria correspondente à amostra final. Para cálculo do volume de cada incremento foram utilizadas

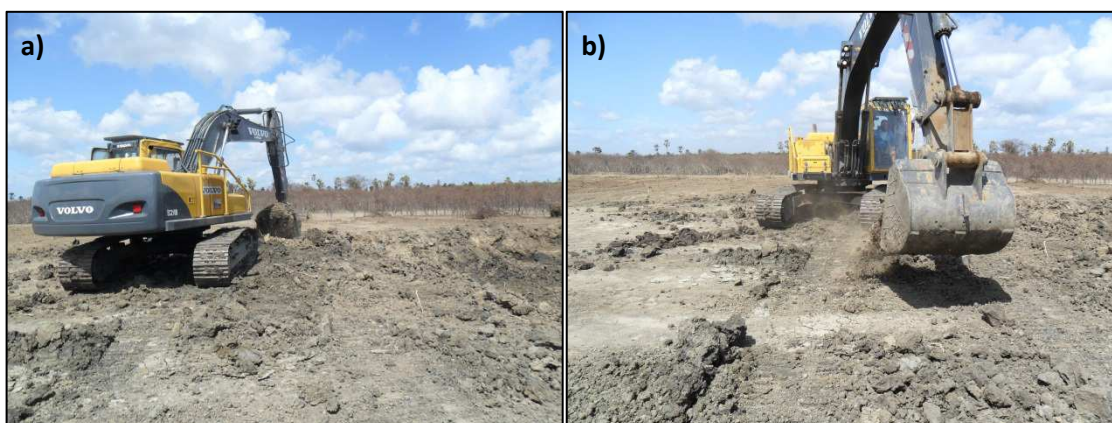
as composições informadas por cada empresa cerâmica (2:1 3:1, 4:1), segundo o esquema a seguir:



Cada ponto de coleta foi georreferenciado com uso de GPS Garmin 60CSX, sendo que em alguns casos o ponto cadastrado foi o mesmo para a argila gorda e a magra, pois segundo informações do técnico perito da empresa, as duas qualidades de argila eram passíveis de serem retiradas a poucos metros de distância, ou sobrepostas uma a outra (Figura 08).

Para a coleta das amostras, quando havia a disponibilidade da empresa cerâmica, utilizava-se de uma escavadeira cedida pela mesma para retirada de uma “conchada” do material (Figuras 10a e 10b).

Figura 10 – Uso da escavadeira para amostragem de argila. a) Escavadeira posicionada sobre a cava de argila, para retirada do material a ser amostrado; b) deposição da “conchada” para coleta da amostra.



Fonte: Autor.

Quando não foi possível o uso da escavadeira, procurava-se estabelecer um perfil vertical da cava com o uso de uma picareta ou enxada.

Cada incremento coletado para formação das misturas (amostra final) foi armazenado em sacos tipo ráfia para até 50 kg, sendo coletadas quantidades superiores a 20 kg de argila, quantidade necessária para o desenvolvimento de todas as análises tecnológicas. Uma pá foi utilizada para transferir as amostras de argila para os sacos ráfia. Os incrementos foram codificados com as letras de “A” até “O” para posterior envio ao laboratório, onde seria realizada a pesagem dos incrementos e formação da amostra, conforme a composição definida pela cerâmica para alimentação do processo no período 2014/2015.

A formação das amostras foi definida contabilizando pelo menos uma amostra com a argila “gorda” e outra amostra para a composição argila “gorda” + “magra” para cada cerâmica selecionada, onde seria possível a posterior comparação dos resultados e estudo da aplicação da argila de melhor qualidade na formação de outros produtos cerâmicos. Foram formadas amostras adicionais nos casos em que uma mesma cerâmica informou que mistura duas ou mais composições diferentes. No caso específico do município de Chorozinho, onde a cerâmica informou realizar a análise granulométrica prévia, as composições das amostras foram estabelecidas somente após a quantificação do percentual do resíduo.

Os códigos utilizados na etapa de Caracterização Tecnológica são relacionados na Tabela 09.

Com base no mapa pedológico (Figura 03), é possível observar que as amostras utilizadas para realização das análises tecnológicas e para identificação das características mineralógicas nesta pesquisa foram quase todas coletadas em zonas com alguma influência de Neossolos (solos pouco evoluídos, sem horizonte B), característicos das planícies fluviais na região. A exceção se deu pela coleta da amostra G ter sido realizada em áreas com solo predominantemente Planossolo (horizonte A ou E seguido de horizonte plânico).

A amostra L foi a única coletada nas proximidades de áreas cuja drenagem apresenta influência de solos predominantemente Luvisolos, que detém argilas com alta atividade e saturação por bases e horizonte B textural logo abaixo de horizonte A ou E.

Tabela 09 – Codificação utilizada para preparação das amostras pelo laboratório para caracterização tecnológica das argilas “gordas” e das misturas de argilas “gordas” (g) e “magras” (m) com base na proporção de volumes (V) definida por cada cerâmica.

Amostras	Composição por tipo de argila	Município	Sub - Bacia
A (g)	1V A	Aquiraz	Rio Pacoti
A (g) e B (m)	1V A : 3V B	Aquiraz	Rio Pacoti
A (g) e B (m)	1V A : 4V B	Aquiraz	Rio Pacoti
C (g)	1V C	Chorozinho	Rio Choró
C (g) e D (m)	Análise do retido na peneira 325#	Chorozinho	Rio Choró
E (g)	1V E	São Gonçalo do Amarante	Rio São Gonçalo
E (g) e F (m)	3V E : 1V F	São Gonçalo do Amarante	Rio São Gonçalo
G (g)	1V G	Caucaia	Rio São Gonçalo
G (g) e H (m)	1V G : 3V H	Caucaia	Rio São Gonçalo
I (g)	1V I	Caucaia	Rio Ceará
I (g) e J (m)	1V I : 2V J	Caucaia	Rio Ceará
L (g)	1V L	Guaiúba	Rio Pacoti
L (g) e M (m)	1V L : 3V M	Guaiúba	Rio Pacoti
N (g)	1V N	Cascavel	Rio Choró
N (g) e O (m)	1V N : 1V O	Cascavel	Rio Choró
N (g) e O (m)	1V N : 1,5V O	Cascavel	Rio Choró

Fonte: Autor.

As amostras C e E foram coletadas em áreas onde predominam solos da ordem dos Argissolos, que são caracterizados por apresentarem horizonte B textural imediatamente abaixo do A ou E, com argila de atividade baixa ou com argila de atividade alta conjugada com saturação por bases baixa e/ou caráter alítico na maior parte do horizonte B.

#### 4.2.4 Etapa IV. Caracterização químico-mineralógica da argila

##### 4.2.4.1 Análises de difração e fluorescência de raios X

As amostras foram preparadas no Laboratório de Geotecnologia (LAGETEC) do Departamento de Geologia da UFC e as análises para caracterização química - mineralógica foram realizadas somente nas amostras de argila mais plásticas (gordas) de cada cerâmica envolvida no trabalho, devido às argilas com menor plasticidade (magras) terem sido

coletadas em áreas próximas às primeiras. As análises por DRX e FRX foram realizadas no difratômetro de raios X Rigaku do Laboratório de Raios X (LRX) do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará (UFC) e os ensaios foram realizados em quatro fases:

1º Fase – Eliminação da matéria orgânica da amostra para análise por DRX e FRX. As amostras passaram por peneira de malha 300 mesh, visando à separação da granulometria mais fina a ser submetida à difração de raios X, separando-se 4g de material. Foram adicionados 4 ml de peróxido de hidrogênio (30%) a cada duas horas, até que não fosse mais visualmente perceptível a efervescência da amostra, ocasionada pela liberação do CO<sub>2</sub>. Em seguida foi efetuada a lavagem e centrifugação do material, cujo precipitado foi seco a 60° por 2 horas. Após destorroamento da amostra seca em um almofariz de porcelana, foram enviados 2g para análise de DRX e FRX no equipamento Rigaku, utilizando um tubo de cobre, raios X de 2kW e velocidade de medição de um grau por minuto, com limites de 3° a 70°.

2º Fase – Desferrificação da amostra para análise por DRX do pipetado. Com os outros dois gramas de pó obtidos na fase de eliminação da matéria orgânica foi necessária a eliminação do ferro para facilitar a leitura e interpretação dos argilominerais presentes na amostra. O material foi colocado em um Becker de 100 ml e aplicado o método do Citrato-Bicarbonato-Ditionito de Sódio (CBD) da Embrapa (2009), para isso, foram adicionados 40 ml de solução de citrato de sódio dihidratado 0,3 mol/L e 5 ml de solução de bicarbonato de sódio 1 mol/L, aquecendo em banho-maria em temperatura de até 80° C. Em seguida foi adicionado 1g de ditionito de sódio em pó a cada 5 minutos, até que fosse observada uma coloração cinza-esverdeada na amostra, sendo em seguida realizado o processo de lavagem/centrifugação. O precipitado foi colocado em um tubo graduado, sendo completado com água destilada até a altura de 10 cm e agitado, para em seguida permanecer por repouso durante 24 horas, para separação da argila das demais frações por decantação, segundo a lei de Stokes. Após esse período foi recolhido com uso de pipeta, 1 ml da solução na altura de 5 cm, a qual foi depositada sobre uma lâmina de vidro por 24 horas até formar uma película de argila, no qual foi encaminhada para análise de DRX, segundo os mesmos critérios da 1º Fase.

3º Fase – Análise com adição de glicol. Após a análise de DRX realizada com auxílio do equipamento Rigaku foram inseridas duas gotas de glicol sobre a película de argila para realização de uma segunda análise de difração com a mesma lâmina, para identificação de prováveis expansões de esmectitas ou interestratificados.

4º Fase – Análise após aquecimento. As amostras C e E foram aquecidas a 350°C e 550°C em forno EDG, modelo 3P-S (até 1.200°C), em taxa de aquecimento de 10º/min até temperatura desejada, permanecendo na mesma por meia hora. Tal análise foi necessária para verificação do desaparecimento da caulinita e do seu respectivo interestratificado com esmectita.

As interpretações dos resultados de difração de raios X foram realizadas com auxílio do software X'Pert HighScore Plus da Panalitica B.V, sendo comparados os resultados obtidos com os padrões relacionados no referido software. Paralelamente, foram utilizadas as referências de espaçamento das reflexões dos minerais de provável ocorrência em argilas, onde argilominerais do grupo da esmectita podem apresentar valores entre 9,6 Å a 19 Å; as caulinitas de 7,15 Å e 4,36 Å; e as ilitas são caracterizadas por espaçamentos de 10 Å (Resende *et al.*, 2011; Gomes, 2002). Também foram utilizados os dados de reflexões diagnósticas dos minerais argilosos e não argilosos que podem ocorrer nas argilas, conforme abordado em Gomes (2002) e apresentados na Tabela 10.

Tabela 10. Reflexões diagnósticas utilizadas neste trabalho para caracterização dos minerais argilosos e não argilosos.

Minerais	d <sub>(hkl)</sub> característico (Å)	Outros d <sub>(hkl)</sub> (Å)
<b>Argilosos</b>		
Caulinita	7,13 (ordenada); 7,18 (desordenada)	Ordenada: 3,57; 2,49; 2,28 Desordenada: 3,58; 2,50 Ambas: 2,55; 2,49; 2,37; 2,33
Esmectita	15,4 (Ca-Mg); 12,4 (Na)	2,56; 2,22; 1,69; 1,50
Ilita	10,1 (1M); 9,99 (2M)	1M: 5,04; 3,87; 3,35; 2,58 2M: 4,98; 3,88; 3,34; 3,21
<b>Não Argilosos</b>		
Quartzo	3,34	4,26; 2,45; 2,28; 1,82
Microclínio	3,24	6,45; 4,21; 3,83; 3,37
Albita	3,18	6,38; 4,03; 3,66; 3,21

Adaptado de Gomes (2002).

Para identificação dos interestratificados de caulinitas-esmectitas também foram utilizadas as variações nas reflexões da caulinita, com  $d = 7,20$  e  $7,50$  Å, que de acordo com Bortoluzzi *et al.* (2007), são decorrentes principalmente da presença dessas intercamadas 2:1, ao invés da simples desordem estrutural, que segundo Gomes (2002), a caulinita desordenada possui um espaçamento característico de  $7,18$  Å.

#### 4.2.4.2 Microscopia Eletrônica por Varredura - MEV

Para realização da análise com o microscópio eletrônico de varredura Hitachi TM 3000 (Figura 11) foi colocada uma pequena película de carbono sobre o porta-amostras, suficiente para cobri-lo, sendo necessária para fixação da amostra. Em seguida a amostra (menos de um grama) foi posicionada sobre a película e após cinco minutos, a amostra foi regulada conforme a altura indicada no equipamento (cerca de 1 mm).

Figura 11 – Microscópio Eletrônico de Varredura à esquerda, com representação da utilização do software para leitura das imagens no monitor acoplado.



Fonte: Autor.

Para análise das imagens provenientes da leitura do equipamento foi utilizado o software Swift ED 3000. O mesmo software foi utilizado para análise de EDS, para definição dos pontos e áreas limites onde foram realizadas as leituras para análises semi-quantitativas.

#### 4.2.5 Etapa V. Caracterização Tecnológica da Argila

As amostras foram preparadas e analisadas no Laboratório de Ensaio Tecnológicos de Argila - LETA, no Senai do Piauí, para caracterização tecnológica do material argiloso, segundo as normas:

- Retração Linear após secagem a 110°C e após queima a 950°C: MB 305/1987

- Tensão de Ruptura à Flexão (TRF) da massa seca a 110° C e após queima 950°C: NBR 6113/1997;
- Absorção d'água, porosidade aparente e massa específica aparente: NBR 6220/2011.

Todas as argilas gordas foram submetidas individualmente aos ensaios de caracterização, para verificar a possibilidade de aplicação de tais materiais de forma isolada na fabricação de tijolos e telhas. Optou-se por não submeter as argilas “magras” aos ensaios físicos devido à pequena distância em relação às “gordas”, além de apresentarem maior quantidade de resíduo, sendo portanto utilizadas somente para formação de misturas e posterior caracterização.

Normalmente, para a fabricação de blocos cerâmicos utiliza-se uma massa argilosa com um valor entre 17 e 30% de resíduo retido na peneira 325 mesh (0,044mm) para fabricação de tijolos e entre 8 a 16% de resíduo na fabricação de telhas, considerado adequado para formação da mistura a ser extrusada, com base na experiência adquirida pelos ceramistas (Camelo, 2015). Desse modo, comparando-se os dados de resíduo retido com as proporções definidas pelas cerâmicas, infere-se que em alguns casos os resultados dos ensaios físicos dificilmente atenderiam aos limites mínimos, segundo Santos (1989), para fabricação de tijolos maciços e furados, ou telhas.

Desse modo, foi efetuado um cálculo estimativo dos volumes que poderiam ser utilizadas para formação das misturas, a partir dos percentuais de resíduo retido para cada argila. Para realizar esse cálculo, infere-se um valor para o número de volumes de argila “gorda” e o número de volumes de argila “magra”. Assim, para 1V<sub>argila gorda</sub> com 5% de retido na malha 325 mesh misturada com 3V<sub>argila magra</sub> e 40% de retido é esperado se obter uma mistura com percentual retido na peneira 325# com aproximadamente 31,25% com base no seguinte cálculo:  $(1V_{5\% \text{ retido argila gorda}} + 3V_{40\% \text{ retido argila magra}})$  dividido por 4 volumes totais. Procura-se sempre que possível uma combinação que resulte em um percentual de resíduo que esteja dentro da faixa utilizada pela indústria cerâmica mencionada anteriormente.

Para realização dos ensaios físicos, cada amostra foi colocada em uma bacia codificada, com capacidade para 15 kg. Após secagem da amostra bruta ao ar livre por 24 horas, o material passou por um processo de moagem em um moinho de martelo estruturado pelo próprio laboratório LETA, para destorroamento dos grãos aglomerados.

#### **4.2.5.1 Distribuição granulométrica do resíduo**

Após secagem de aproximadamente 200g da amostra em estufa Thermosolda SPG61tw, pesou-se 100g do material seco em uma balança digital KN WAAGEN 0,1g sendo colocado em um recipiente de 1 litro e acrescentado 600 ml de água, onde permaneceu em repouso por 24 h para decantação. Após esse período fez-se o peneiramento via úmido para eliminação da fração argilosa e concentração do material retido em malha 325 mesh (0,045 mm), aqui denominado de “resíduo”. Os grãos retidos foram novamente secos na estufa até massa constante e pesados, cujos valores são utilizados no cálculo do percentual desse “resíduo”:

$$\%_{\text{Resíduo}} = (\text{Peso}_{\text{final}} / \text{Peso}_{\text{inicial}}) \times 100 \quad (1)$$

Logo em seguida, foi realizado o peneiramento do “resíduo” retido na peneira 325 mesh (0,044 mm) nas malhas da ABNT de **10** mesh (2 mm), **25** mesh (0,71 mm), **45** mesh (0,355 mm), **80** mesh (0,177 mm) e **100** mesh (0,149 mm) conforme padrão utilizado na indústria cerâmica (Camelo, 2015). Também foi contabilizado o passante da peneira de 100 mesh (fundo). Esse método é aplicado para facilitar a identificação do tamanho dos grãos das impurezas presente nas argilas, podendo ser utilizado para acompanhamento no processo de secagem, sendo também utilizado no cálculo das proporções de mistura de massas.

Foi realizada a análise granulométrica total somente das argilas gordas por serem as únicas que seriam caracterizadas tecnologicamente de forma individual. A análise granulométrica foi realizada pelo método do densímetro, segundo a Norma NBR-7181/ABNT - Análise Granulométrica de Solos.

#### 4.2.5.2 Ensaio do resíduo

O material retido foi analisado no Laboratório de Ensaio Tecnológicos de Argila – LETA, do Senai no Piauí, para caracterizar as impurezas presentes na matéria prima. Para isso avaliou-se a olho nu a presença de sílica (grãos menores, não reconhecidos a olho nu), mica, quartzo e demais grãos presentes, como feldspatos e outros minerais, bem como matéria orgânica (raízes, folhas, etc.). Para identificação de prováveis minerais ferromagnéticos movimentou-se um ímã sob uma cápsula de alumínio. Para verificar a presença de óxido de ferro, calcário e pirita, foram utilizadas gotas de ácido clorídrico 1:1, observando as seguintes reações:

- a) óxido de ferro – coloração esverdeada (Figura 12);

- b) calcário – efervescência (Figura 12);
- c) pirita – odor desagradável.

Figura 12 – Coloração esverdeada indicando a presença de óxido de ferro e efervescência devido à presença de grãos de calcário observados durante análise do “resíduo”.



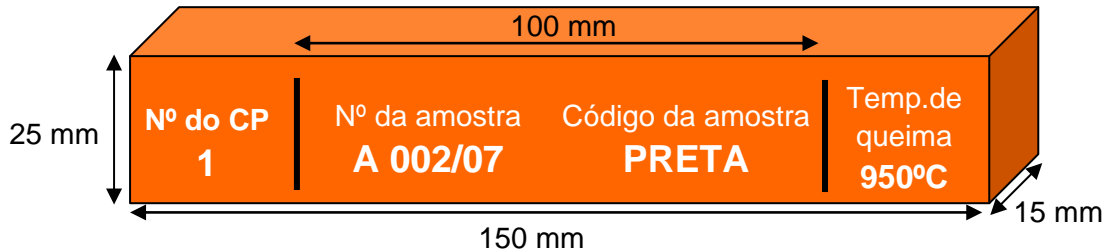
Fonte: Autor.

#### 4.2.5.3 Confeção e secagem dos corpos de prova

Da amostra inicial foram peneirados aproximadamente 15 kg da massa em peneira de 48 mesh, em seguida umedecida por aspersão, de modo a atingir cerca de 20 a 22% de umidade (dependendo da plasticidade da massa). Após 24 horas dentro de uma bacia abafada com saco plástico, a massa foi moldada em extrusora WOTAN.

A partir da massa extrusada foram confeccionados os corpos de prova (cp's) com dimensões aproximadas de 15 x 25 x 150 mm (Figura 13). Os cp's foram marcados em sua maior dimensão com dois traços distantes 100 mm um do outro. Esses traços foram utilizados para realizar medições após a secagem a 110°C e após a queima a 950°C, conferindo o quanto a distância entre eles foi reduzida - retração linear (Figuras 14a e 14b).

Figura 13 – Exemplo de Corpos-de-Prova confeccionado por extrusão.



Fonte: Adaptado de Pinatti *et al.* (2010).

Figura 14 – Preparação do corpo de prova para realização dos ensaios físicos. a) Extrusão e corte; b) marcação do corpo de prova para análise de retração linear.



Fonte: Autor.

Os cp's permaneceram por 24 h em temperatura ambiente, protegidos do sol e ventilação, em seguida mais 12 h em estufa a 40°C e 24 h a 70° C. Todo esse processo foi necessário para evitar o choque térmico e a possível formação de trincas e quebra dos cp's. Para os ensaios de retração linear e resistência à flexão após secagem, os cp's permaneceram por 24 horas em uma temperatura de 110°C.

#### 4.2.5.4 Ensaio de retração linear após secagem e após queima

Os ensaios de retração linear após secagem a 110°C e após queima a 950°C foram realizados segundo a norma da ABNT MB 305/1988. Após a secagem a 110°C dos cp's, verificou-se a cor e o peso (para cálculo da absorção de água após secagem), e mensurada a retração, com uso do paquímetro Mitutoyo 150 mm (Figura 15).

Figura 15. Ensaio de retração linear após secagem.



Fonte: Autor.

Após essa etapa os cp's foram queimados no forno elétrico JUNG J200. Após a queima, é efetuada nova medida para cálculo da retração após queima a 950°C. Nos dois casos, a retração é calculada pela fórmula:

$$R_L = (C_i - C_f) / C_i \times 100 \quad (2)$$

Onde,  $R_L$  = retração linear,  $C_i$  = comprimento inicial e  $C_f$  = comprimento final. Valor em porcentagem.

#### 4.2.5.5 Ensaio de perda ao fogo - P.F.

Para o ensaio de perda ao fogo o corpo de prova foi pesado após secagem completa a 110°C, sendo queimado a 950°C em seguida. Concluído o resfriamento do cp, verificou-se o peso da massa após queima.

$$PF = (M_i - M_f) / M_i \times 100 \quad (3)$$

Onde, PF = perda ao fogo,  $M_i$  = massa inicial e  $M_f$  = massa final. Valor em porcentagem.

#### 4.2.5.6 Ensaio de tensão de ruptura à flexão após secagem e após queima

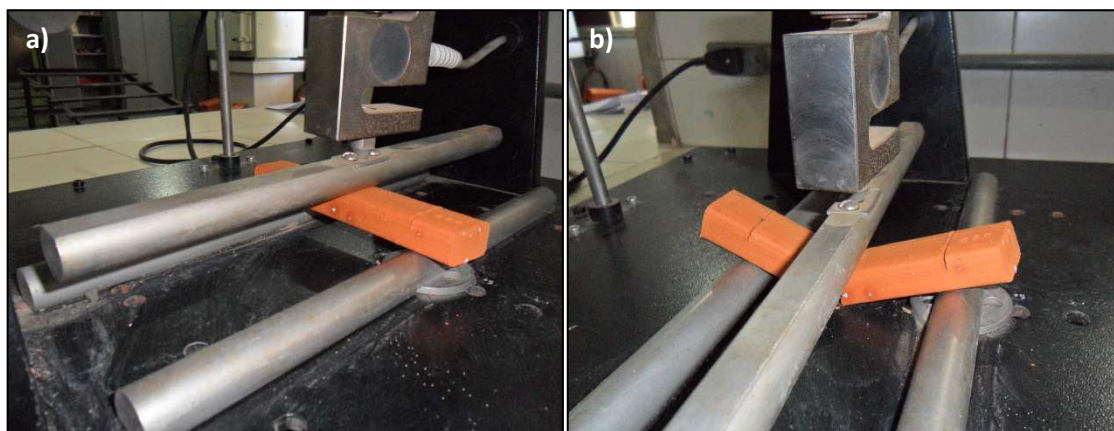
Os ensaios de tensão de ruptura à flexão após secagem e após queima foram realizados segundo a Norma NBR 6113/1997. Foi utilizado um Deflectômetro BP Engenharia, onde inicialmente foi medida a espessura e a largura dos corpos-de-prova com paquímetro Mitutoyo 150mm, e em seguida os cp's foram posicionados sobre os apoios. Nesse ponto são colocados os pesos de 2,5 kg cada, ligando o aparelho até o cp romper, fazendo a leitura na escala, no momento da ruptura. Para o cálculo da resistência à flexão aplicou-se a fórmula:

$$TRF = (N_p \times l) / (E^2 \times L) \quad (4)$$

Onde, TRF = tensão de ruptura à flexão,  $N_p$  = número de pesos,  $l$  = leitura,  $E$  = espessura e  $L$  = largura. Dados de espessura e largura em cm, e o resultado expresso em kgf/cm<sup>2</sup>.

No caso do ensaio após a queima (Figuras 16a e 16b), os cp's foram colocados para esfriar a temperatura ambiente e efetuados os mesmos procedimentos do teste após secagem, fazendo a leitura na escala no momento da ruptura e empregando a mesma fórmula para cálculo da resistência.

Figura 16 – Ensaio de tensão de ruptura à flexão após queima. a) Corpo de prova antes da ruptura; b) após a ruptura.



Fonte: Autor.

#### **4.2.5.7 Ensaio de absorção d'água, porosidade aparente ( $P_a$ ), massa específica aparente ( $M_{ea}$ ) e massa específica aparente da parte sólida ( $M_{eas}$ )**

Após a queima, os cp's passaram por secagem a  $110^{\circ}\text{C}$  até massa constante, obtendo-se a massa seca ( $M_s$ ), em gramas; em seguida permaneceram imersos em um recipiente com água durante 24 horas para preenchimento dos vazios. Determinou-se a massa do corpo de prova imerso em água ( $M_i$ ) e após retirado o excesso de água da superfície dos cp's com um pano úmido, os mesmos foram pesados separadamente para obtenção da massa do corpo de prova saturado de água, ( $M_u$ ).

As fórmulas utilizadas para o cálculo dos testes de absorção d'água, volume aparente, massa específica aparente e porosidade aparente são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 – Fórmulas para cálculo nos testes de absorção d'água, volume aparente, massa específica aparente e porosidade aparente.

Absorção d'água	$A(\%) = \frac{(Mu - Ms)}{Ms} \cdot 100 \quad (5)$
Volume aparente	$Va = Mu - Mi \text{ (cm}^3\text{)} \quad (6)$
Volume aparente da parte sólida	$Vas = Ms - Mi \text{ (cm}^3\text{)} \quad (7)$
Massa específica aparente (densidade aparente)	$M.E.A. = \frac{Ms}{Va} = \frac{Ms}{Mu - Mi} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (8)$
Massa específica aparente da parte sólida	$M.E.A. \text{ sólida} = \frac{Ms}{(Ms - Mi)} = \frac{Ms}{Vas} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (9)$
Porosidade aparente	$P(\%) = \frac{(Mu - Ms)}{(Mu - Mi)} \cdot 100 = \frac{(Mu - Ms)}{Va} \cdot 100 \quad (10)$

Fonte: Pinatti *et al.* (2010).

#### 4.2.5.8 Ensaio de plasticidade

O ensaio de plasticidade foi realizado a partir das normas ABNT NBR 7180/1984 - Solo - Determinação do Limite de plasticidade e ABNT NBR 6459/1984 - Solo - Determinação do Limite de liquidez.

Após secagem de aproximadamente 500g de cada amostra à temperatura ambiente por 24 horas, as mesmas foram destorroadas em almofariz e recolhidos cada passante na peneira ABNT nº 80. Em seguida a amostra foi umidificada por aspersão e permaneceu em repouso por mais 24 horas dentro de saco plástico.

Para determinação da água de amassamento foi necessário amassar com as mãos cerca de 60g de amostra até deixar de grudar nas mãos. Após pesagem do material, o mesmo foi enviado para secagem na estufa à 110°C por 2 horas e pesado novamente. Para o cálculo da água de amassamento foi subtraído peso da massa úmida pela massa seca, dividindo-se o resultado pelo peso da massa seca e multiplicando-se por 100 (valor em percentual).

A água de esfrelamento foi determinada ao rolar com as mãos 10g de amostra sobre uma placa de vidro, até formação de um cilindro de 100 mm de comprimento por 3 mm de diâmetro, sem fragmentar. Em seguida a amostra foi amassada com os dedos, e repetido o processo de rolagem até fragmentação da amostra durante a rolagem. A amostra foi pesada antes e depois da secagem em estufa a 110°C por 02 horas, e em seguida efetuado o cálculo do mesmo modo como aplicado na determinação da água de amassamento.

Para determinação do limite de liquidez, a amostra foi moldada na parte central da concha do equipamento de casagrande Solotest (Figura 17), até espessura de cerca de 10 mm.

Figura 17 – Equipamento de casagrande Solotest.



Fonte: Autor.

O material foi dividido em duas partes, sendo aberta uma ranhura em sua parte central com o uso do cinzel. A concha foi golpeada 25 vezes contra a base. As bordas centrais foram recolhidas e pesadas antes e depois de secas, calculando-se o limite de liquidez com a subtração do peso da massa úmida pela massa seca e dividindo-se o resultado pelo peso da massa seca e multiplicando-se por 100 (valor em percentual).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterização mineralógica

#### 5.1.1 Difração de raios X

Os resultados das análises de difração de raios X apontam a presença de quartzo e algum tipo de feldspato em todas as amostras, principalmente os termos finais da série isomórfica albita (Na) – anortita (Ca) dos plagioclásios, sendo também encontrados os termos intermediários anortoclásio e sanidina. Com relação aos argilominerais, foram identificadas illitas e caulinitas em quase todas as amostras, exceto pela ausência de caulinita na amostra G e de illita na amostra I. Em nenhuma das amostras foi possível identificar esmectitas na análise do difratograma ao natural, nem ocorreu expansão em qualquer dos picos, após a adição de glicol.

Na Tabela 12 estão representadas as associações mineralógicas identificadas para cada amostra analisada, enquanto que as interpretações efetuadas nos difratogramas são apresentadas no Anexo I.

Tabela 12 – Associação mineralógica identificada por difração de raios X nas amostras da Região Metropolitana de Fortaleza.

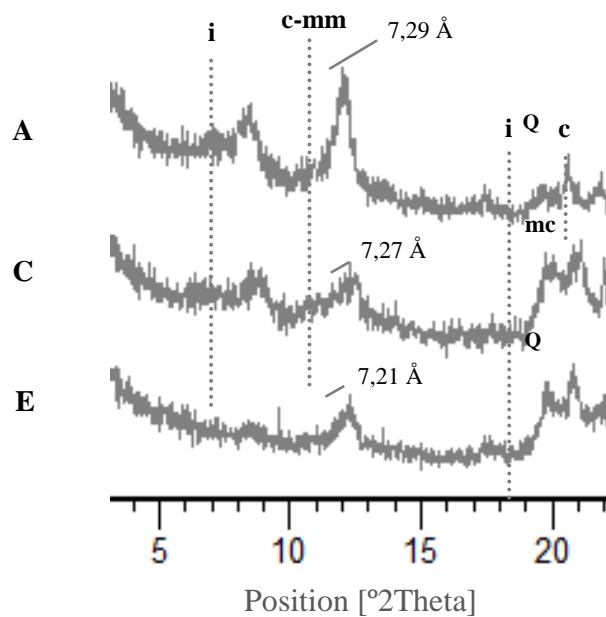
Amostra	Associação Mineralógica
A	Quartzo, illita, caulinita, caulinita-esmectita interestratificada, anortita, anortoclásio
C	Quartzo, illita, caulinita, caulinita-esmectita interestratificada, microclínio, albita
E	Quartzo, illita, caulinita, caulinita-esmectita interestratificada, anortita
G	Quartzo, illita, albita
I	Quartzo, caulinita, albita, microclínio, sanidina
L	Quartzo, illita, caulinita, albita, microclínio, sanidina
N	Quartzo, illita, caulinita, anortita

Fonte: Autor

Foram encontrados interestratificados de caulinitas-esmectitas nas amostras A, C e E (Figura 18). Embora, o tratamento com glicol não tenha apresentado deslocamento nos picos relacionados às interestratificações, nos difratogramas dessas amostras é possível perceber a presença do pico da caulinita acima de  $d = 7,20 \text{ \AA}$ , sugestivo da presença de

camadas interestratificadas desses argilominerais com esmectitas (Capítulo – *Materiais e Métodos*).

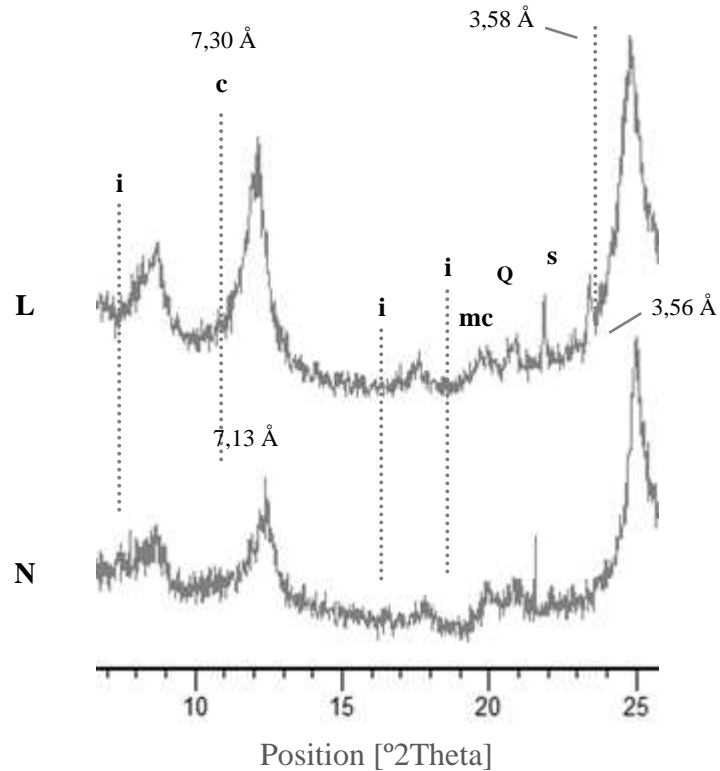
Figura 18 – Presença de interestratificados de caulinita-esmectita nas amostras A, C e E. Siglas: Q (quartzo), i (ilita), c (caulinita), c-mm (caulinita-montmorillonita), mc (microclínio).



Fonte: Autor.

As amostras L e N apresentaram dois picos bastante representativos de caulinita, em 7,30 Å e 3,58 Å para L e 7,13 Å e 3,56 Å em N (Figura 19, Tabela 10). Apesar dos resultados de microscopia por varredura não revelarem lamelas paralelas em forma de “livros”, ou mesmo isoladas, para esse argilomineral, os picos estão bem definidos, confirmando a presença da caulinita. Nota-se que os espaçamentos das distâncias interplanares em L são maiores que o esperado para uma caulinita ordenada, e ao contrário das amostras A, C e E, não foram encontrados padrões de interestratificados com esmectitas no modelo do software X’pert. Além disso, também não ocorreram elevações em seus picos após a adição de glicol, sendo portanto as caulinitas dessa amostra caracterizadas como desordenadas.

Figura 19 – Picos expressivos de caulinitas nas amostras L e N, sugestivos de elevados índices de cristalização. Siglas: i (ilita), c (caulinita), mc (microclínio), Q (quartzo), s (sanidina).

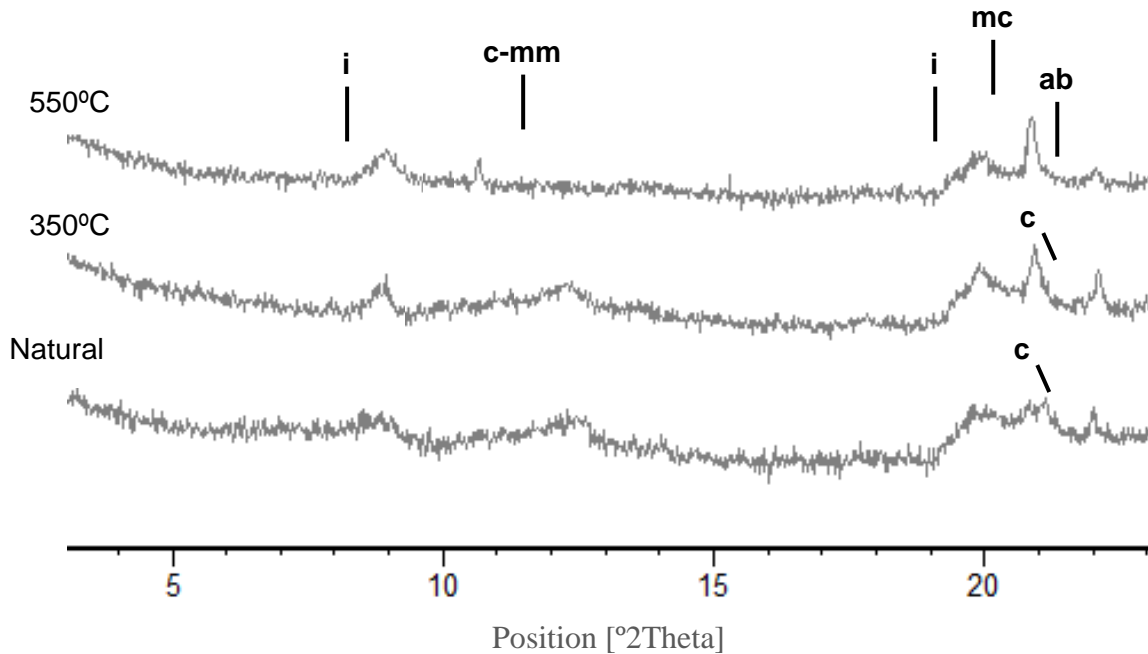


Fonte: Autor.

Convém ressaltar que a amostra L foi a única coletada em área, cuja drenagem percorre solos, de um modo geral da classe Luvisolos, segundo o mapa pedológico (Figura 03). Essa classe de solos define argilominerais com alta reatividade iônica – CTC (ilitas e esmectitas), corroborada pela presença de ilitas em seu respectivo difratograma. Neste caso, pressupõe-se a associação das caulinitas com os Argissolos encontrados na região (Figura 03), caracterizados por argilas de atividade baixa.

A comprovação da presença da caulinita foi avaliada com o aquecimento das partículas a 550°C, sendo verificado o desaparecimento padrão que ocorre nos picos deste argilomineral após atingir essa temperatura (Figura 20). Esse fato também é perceptível na estrutura do interestratificado da caulinita com a esmectita, o que pode representar uma menor participação do argilomineral 2:1 na interestratificação, considerando que também não foi possível observar a expansão desse tipo de estrutura com a adição de glicol.

Figura 20 – Comparação dos difratogramas da amostra C após análise ao natural, aquecida a 350°C e 550°C. Notar o pico de albita que permanece na parte direita do difratograma, após o desaparecimento da caulinita a 550°C. Siglas: i = illita, c-mm = caulinita-montmorillonita, mc = microclínio, c = caulinita, ab = albita.



Fonte: Autor

### 5.1.2 Fluorescência de raios X

Os resultados de fluorescência de raios X (Tabela 13) indicam uma predominância dos óxidos de silício, alumínio e ferro nas amostras.

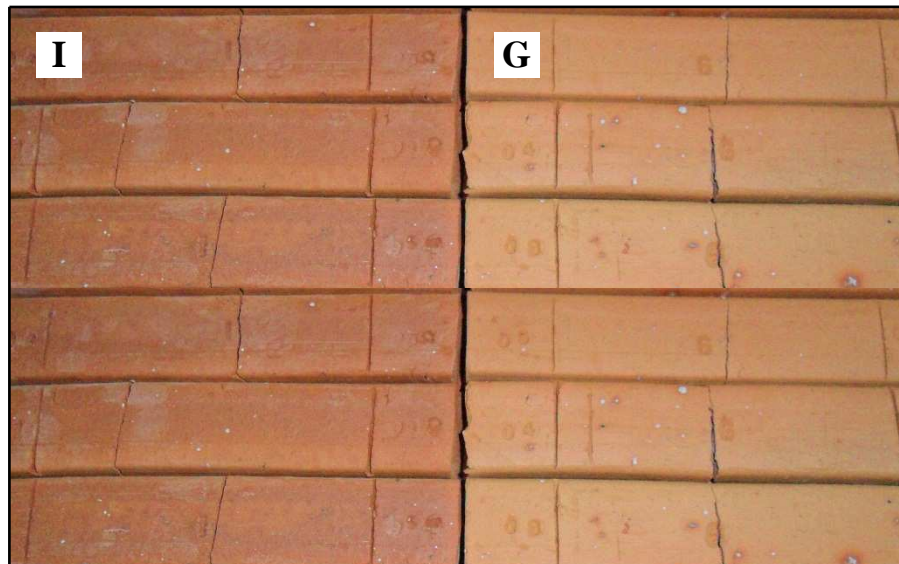
Tabela 13 – Resultados de fluorescência de raios X. As amostras foram agrupadas de acordo com cada sub-bacia para facilitar a interpretação. Valores em %.

Sub-bacia	Rio	Amostra	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Rio Pacoti	Pacoti	A	0,85	14,86	37,50	5,52	1,96	4,64	0,33	34,03	-
	Baú	L	-	13,30	35,71	4,12	1,78	4,00	0,32	39,75	0,36
Rio Choró	Choró	C	-	15,09	40,30	4,91	3,06	3,20	-	33,16	-
	Choró	N	-	11,71	44,38	5,33	3,52	3,73	0,52	30,67	-
Rio São Gonçalo	São Gonçalo	E	-	12,06	42,65	5,12	2,74	4,80	0,42	31,80	-
	Anil	G	-	10,69	59,81	7,35	4,89	3,50	0,59	8,42	-
Rio Ceará	Ceará	I	-	13,23	55,70	6,81	5,22	4,76	0,24	13,90	-

Fonte: Autor.

Os altos valores de ferro, normalmente acima de 30%, são responsáveis pela coloração vermelha da cerâmica após a queima a 950°C, enquanto que a tonalidade mais alaranjada é devida a presença de  $\text{TiO}_2$ , com média de aproximadamente 4% no geral. Na Figura 21 é apresentada uma comparação entre as cores das amostras I e G, cujos percentuais de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  foram os menores (13,9% e 8,42%, respectivamente), mas ainda assim é possível perceber que a maior representatividade deste óxido na amostra I é o suficiente para definir uma coloração mais avermelhada, mesmo com um percentual de óxido de titânio (4,76%) superior em relação à G (3,50%).

Figura 21 – Comparação da influência dos óxidos de ferro e titânio na coloração final do corpo de prova nas amostras I e G. Notar a tonalidade mais alaranjada em G, reflexo do menor percentual de óxido de ferro e pela presença do óxido de titânio.



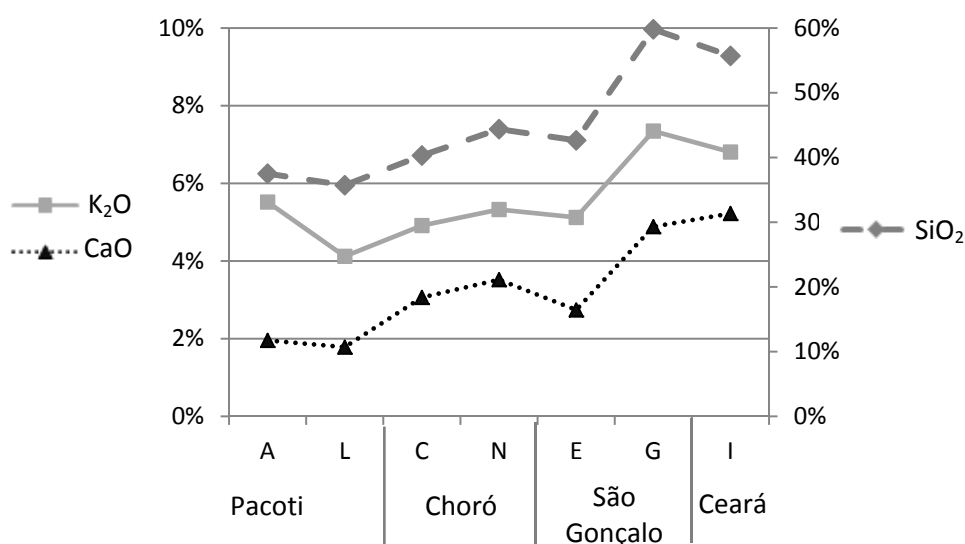
Fonte: Autor.

A representatividade dos refratários ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) nas argilas apresenta média superior à 85%, chegando a 88,8% na amostra L, inferindo na necessidade de altas temperaturas para sinterização da massa argilosa, o que nas empresas cerâmicas isso ocorre normalmente acima de 900°C. A influência desses refratários é melhor discutida nos resultados de caracterização tecnológica.

Considerando a relação  $\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$ , as proporções indicam média de 3,6 e máximo de 5,6 para essa razão, onde sugere-se que a hidrólise ainda não atuou de forma tão incisiva na maturação das argilas.

É possível estabelecer uma correlação direta de proporcionalidade, entre os valores obtidos para  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{CaO}$  em cada sub-bacia analisada, reflexo da influência dos minerais quartzo-feldspáticos na composição química de cada amostra. Essa correlação é demonstrada no Gráfico 01, onde é possível observar que o percentual dos óxidos de cálcio e potássio são maiores, quanto maior a presença de sílica. No referido gráfico as amostras foram agrupadas de acordo com as sub-bacias para facilitar a visualização.

Gráfico 01 – Correlação dos resultados químicos de  $\text{SiO}_2$  (coluna da direita),  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{CaO}$  (coluna da esquerda) com as amostras obtidas em cada sub-bacia.



Fonte: Autor.

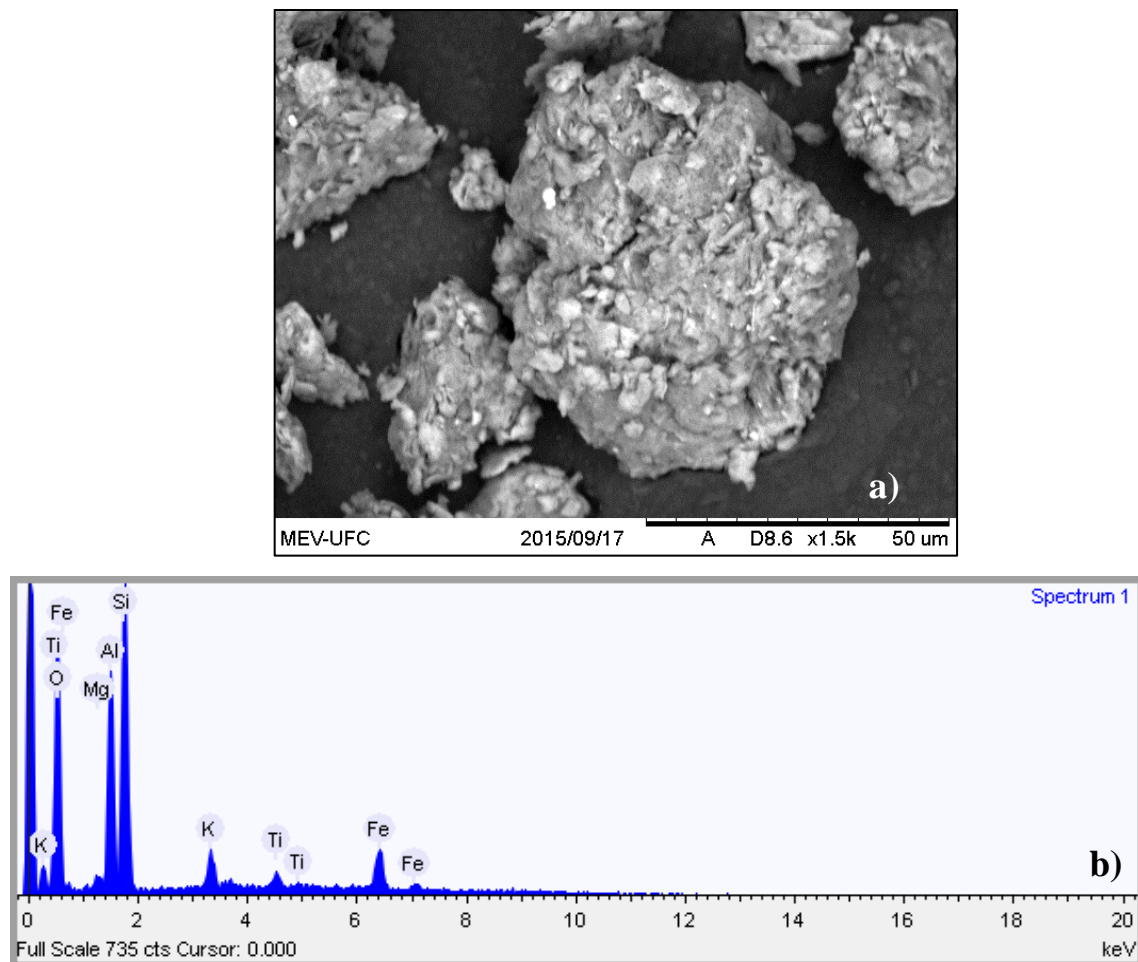
Pressupõe-se como justificativa para a grande variação no percentual de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  e  $\text{CaO}$  das argilas G e I em relação às demais, devido as primeiras terem sido coletadas em uma região sob influência dos granitoides, quartzitos, metacalcários e calcissilicáticas do Complexo Ceará, enquanto que as argilas A, C, E, e N foram recolhidas em áreas próximas dos limites do Barreiras, onde se espera a ocorrência de materiais mais retrabalhados.

Conforme já apresentado, a amostra L foi a única obtida em área sob influência de Luvissoles e Argissolos. Devido sua maior proximidade com a Serra de Baturité, essa região tende a receber sedimentos de áreas com maior regime pluviométrico e consequentemente, maior lixiviação de seus componentes. A menor presença de sílica e potássio corrobora com a maior representatividade da caulinita observada em seu difratograma, em comparação às outras amostras.

### 5.1.3 Microscopia eletrônica por varredura

Os dados de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) revelam ainda a existência de vários aglomerados de argilominerais em todas as amostras, o que pode ser observado nas Figuras 22a e 22b, representativas da amostra A.

Figura 22 – Imagem de microscopia eletrônica por varredura de um aglomerado de argilominerais em imagem de microscopia eletrônica por varredura na amostra A (a) e sua respectiva análise em EDS (b).



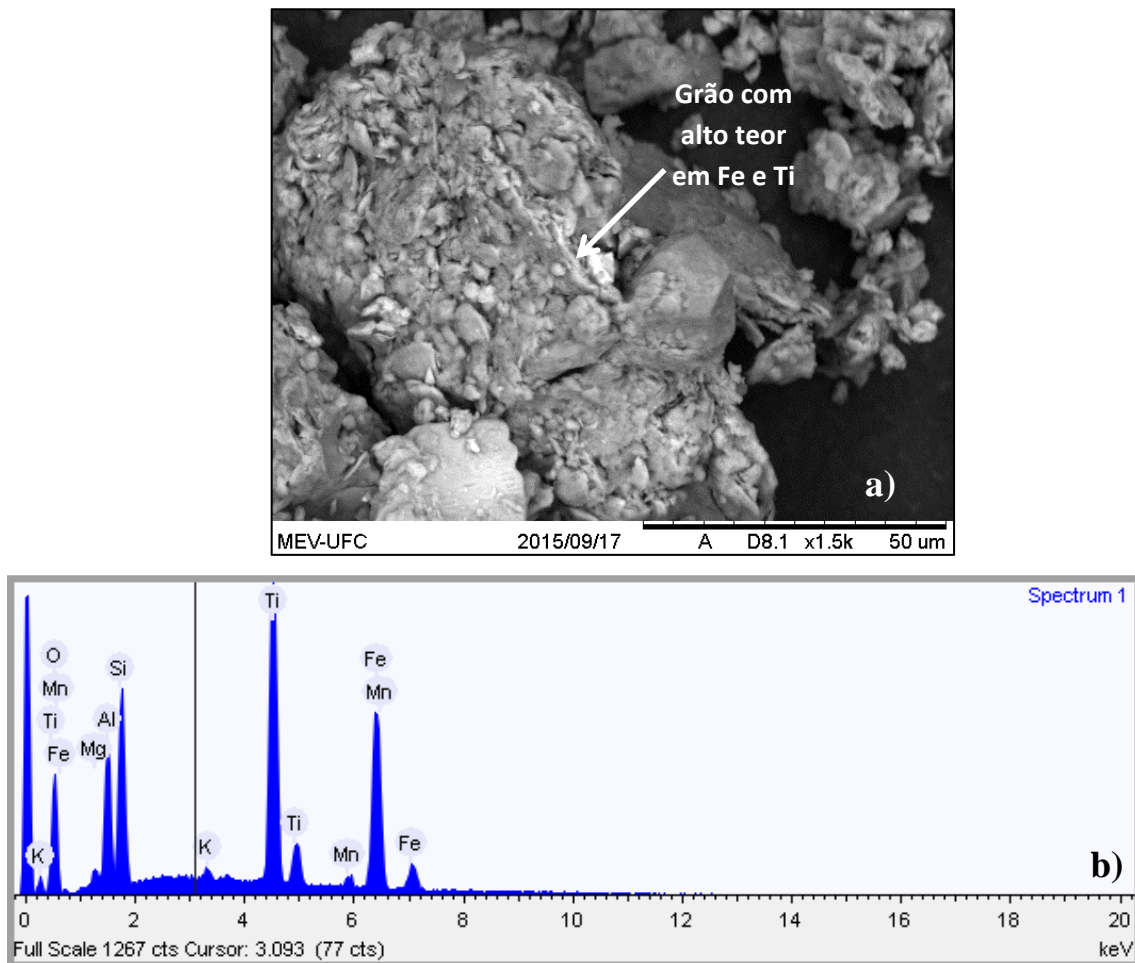
Fonte: Autor.

A análise de EDS realizada em uma partícula da amostra A aponta valores de aproximadamente 46,65% de sílica, 23,85% para alumínio e 4,5% de potássio, comprovando a relação 2:1 na proporção sílica-alumínio. Essa informação reitera a intensa liberação de sílica no ambiente, confirmada pela presença de quartzo na fração argila, o que torna

favorável a formação de argilominerais 2:1. Pressupõe-se que o grão analisado seja uma illita, já que os resultados de difração de raios X não definiram a presença de esmectitas.

As análises de MEV revelam ainda a presença de minerais enriquecidos em titânio e ferro na amostra C (Figuras 23a e 23b), com valores de EDS acima de 37% para titânio e 38% para ferro, provavelmente um óxido do tipo ilmenita.

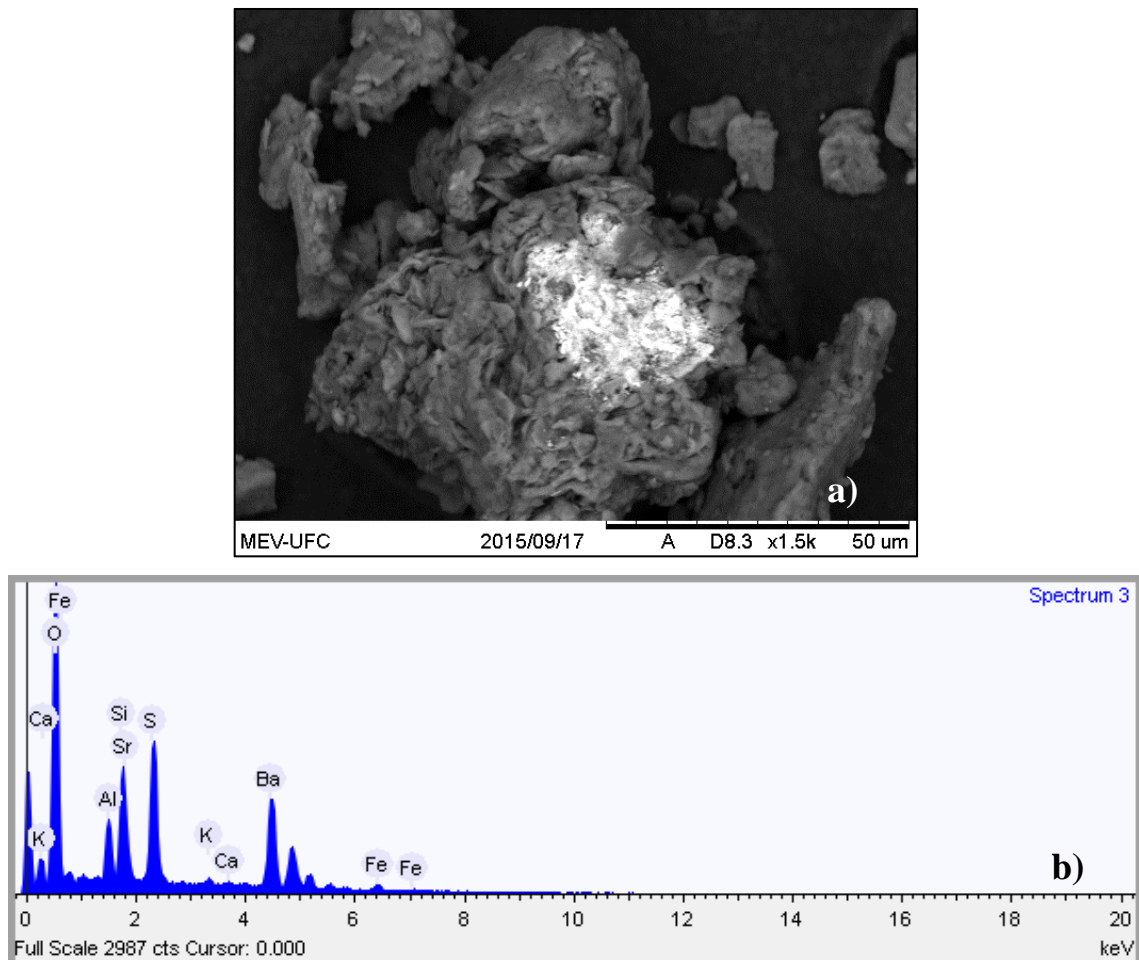
Figura 23 – Partículas com alto teor de Fe e Ti na amostra C. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS.



Fonte: Autor.

A partir da análise da imagem de MEV e dos picos de EDS da amostra E foi possível identificar uma película esbranquiçada (Figuras 24a e 24b) sobre um aluminossilicato de proporções sílica-alumínio 2:1, com alto teor para BaO (41,66%) e SO<sub>3</sub> (26,58%), com 4,49% de estrôncio (que por vezes substitui o bário na estrutura da barita), levantando a hipótese da existência de uma pequena camada de barita, sobre um argilomineral.

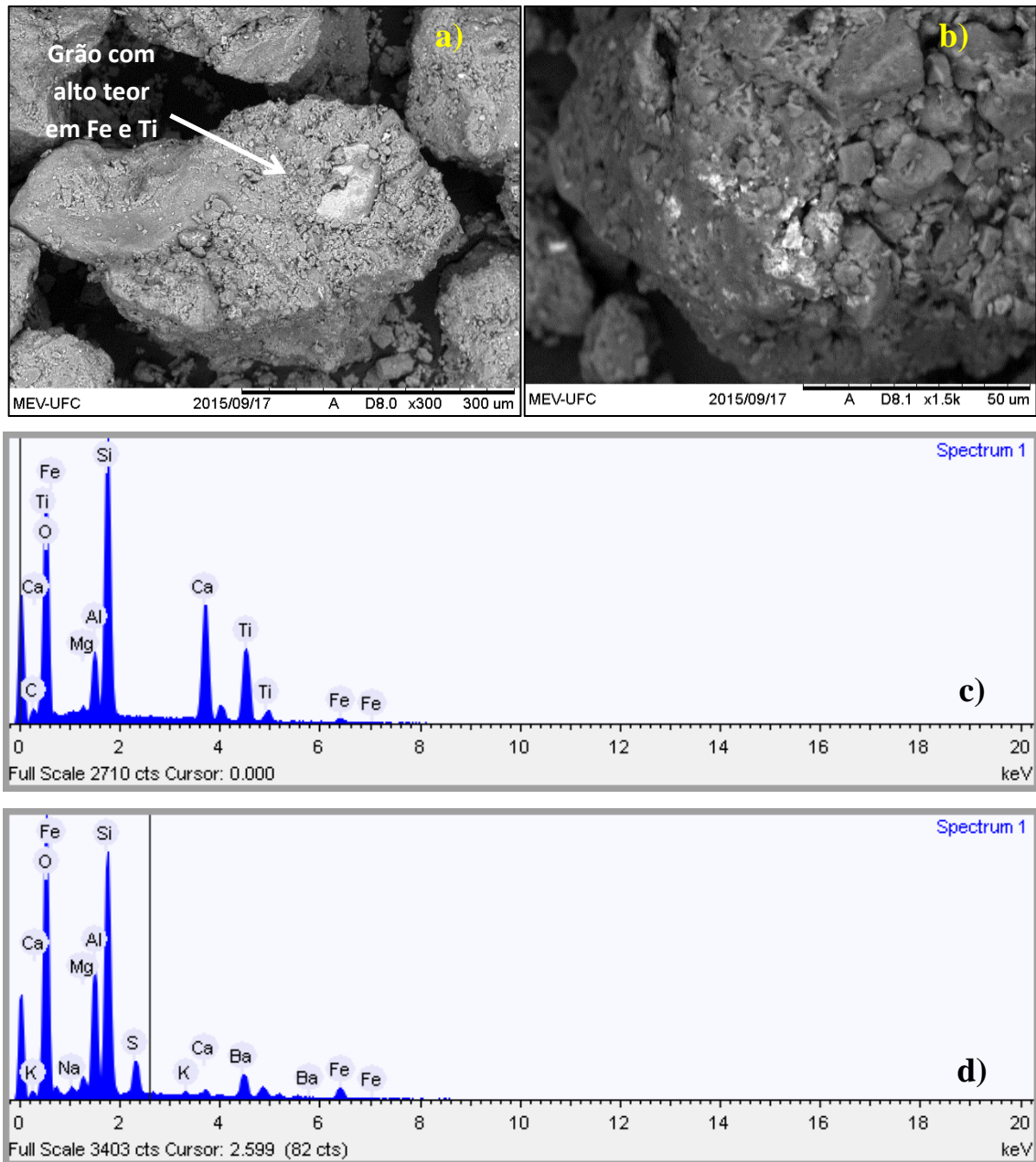
Figura 24 – Película esbranquiçada de uma provável barita sobre um aluminossilicato na amostra E. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS.



Fonte: Autor.

Após análise de EDS, a amostra G apresentou grãos ricos em titânio e cálcio, dentro da composição de um silicato (Figuras 25a e 25c). Também foi possível identificar uma película esbranquiçada sobre um aluminossilicato (Figuras 25b e 25d), com menor teor para BaO (15,7%) e  $\text{SO}_3$  (9,1%), embora não tenha sido identificado estrôncio na composição química da partícula.

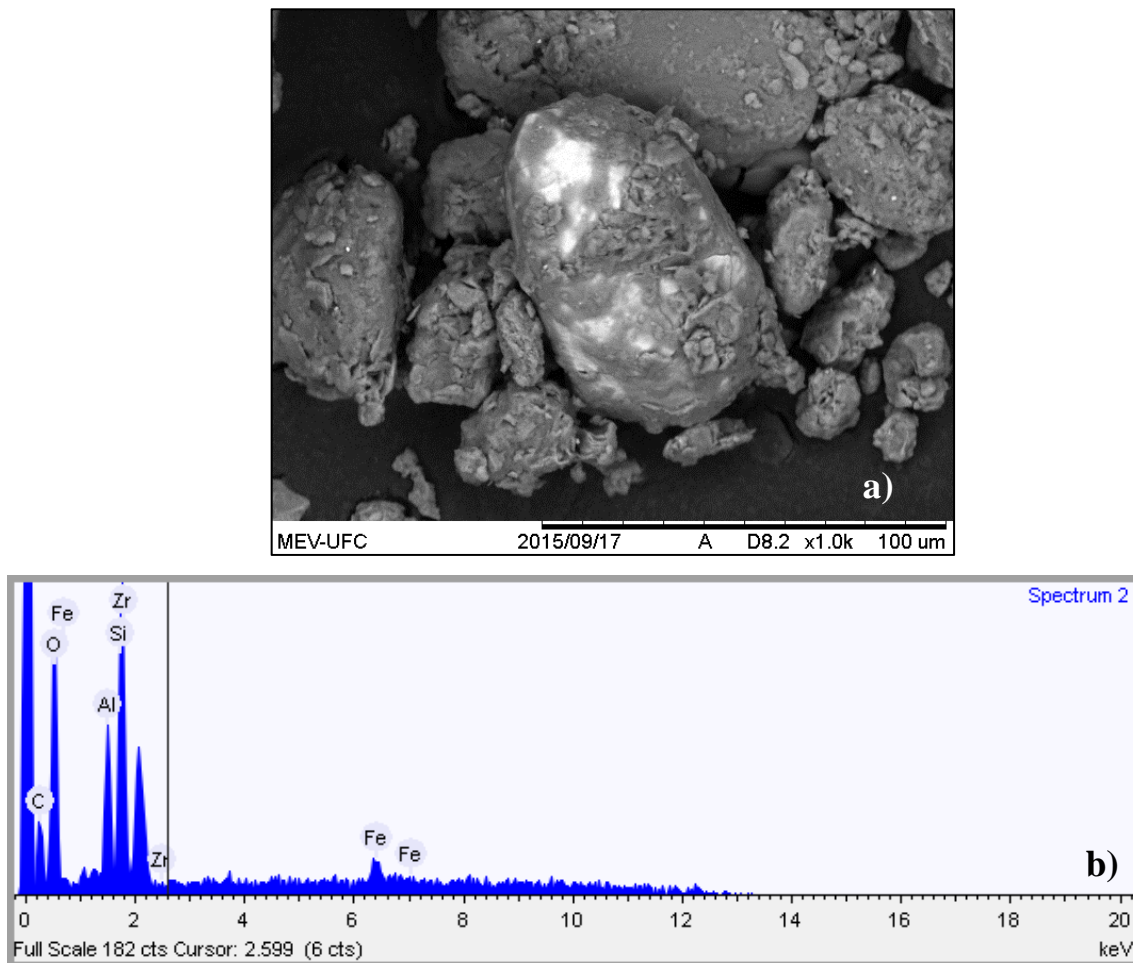
Figura 25 – Imagens de MEV da amostra G. a) Grão com alto teor de titânio e cálcio; b) Película esbranquiçada de uma provável barita sobre um aluminossilicato; c) Análise de EDS da Figura a; d) Análise de EDS da Figura b.



Fonte: Autor.

Na amostra I foi possível identificar de um grão de silicato com elevado pico para zircônio na análise de EDS, representativo de um grão de zircão detrítico, conforme observado na Figura 26a e 26b.

Figura 26 – Partícula com alto teor de zircônio na amostra I. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS.

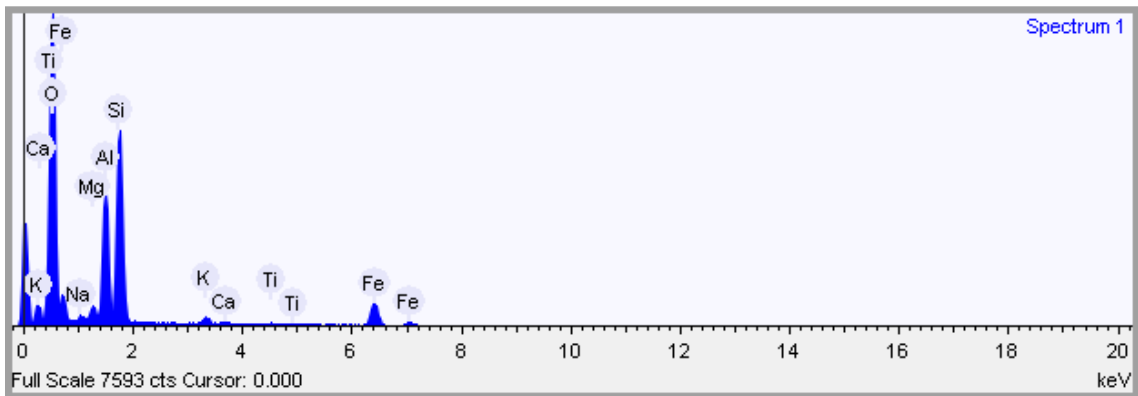


Fonte: Autor.

A amostra L também apresentou grãos com alto teor para BaO e SO<sub>3</sub> em uma película esbranquiçada sobre um aluminossilicato, sem contudo ter sido identificado estrôncio presente na composição.

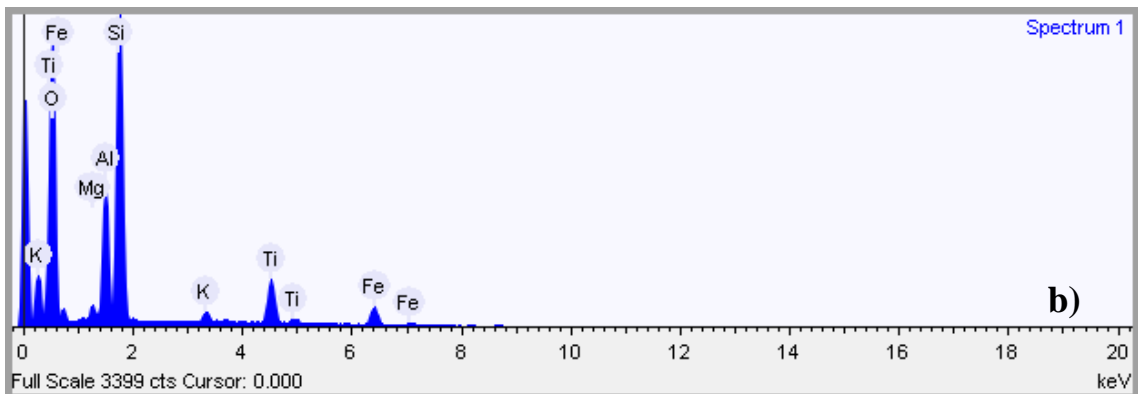
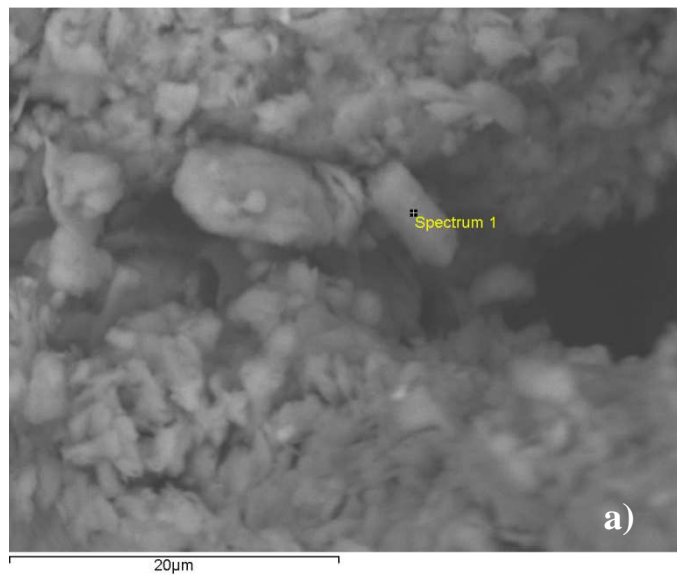
Na amostra N, como também ocorreu com as demais amostras, pode-se observar várias partículas de composição silício-alumínio 2:1, com magnésio, sódio e potássio presentes, sugestivas de argilominerais do grupo das ilitas (Figura 27). Ainda na amostra N foi identificado um grão com elevado teor para titânio (Figuras 28a e 28b), superior a 15% da composição, evidenciado pela análise de EDS.

Figura 27 – Análise de EDS de um grão da amostra N contendo silício e alumínio com proporção química 2:1 e picos de magnésio, sódio e potássio.



Fonte: Autor.

Figura 28 – Grão com elevado teor de titânio na amostra N. a) Imagem de MEV; b) Análise de EDS.



Fonte: Autor.

As associações mineralógicas identificadas em todas as amostras são correspondentes com os litotipos quarto-feldspáticos observados na Região Metropolitana de Fortaleza, que incluem desde corpos graníticos e quartizíticos do Complexo Ceará, fonólitos e traquitos da Suíte Messejana, até arenitos da Formação Barreiras. Nota-se que todas as amostras foram obtidas em áreas sugestivas da presença de rochas da Formação Canindé (Cavalcante *et al.*, 2003), sendo que a amostra G foi coletada na área de influência entre essa formação e a Formação Independência, ambas do Complexo Ceará. Destaca-se que as amostras A, C, E e N foram coletadas nas proximidades da Formação Barreiras, caracterizada por arenitos argilosos de matriz argilo-caulínica (o que por si só, já contribui para a presença de caulinita no material amostrado), e maior quantidade de ferro e silício em seu cimento estrutural, corroborando com a alta quantidade de ferro observado nas argilas estudadas. Ressalta-se que especificamente nas amostras A, C e E foram identificados agrupamentos interstratificados de caulinita-esmectita.

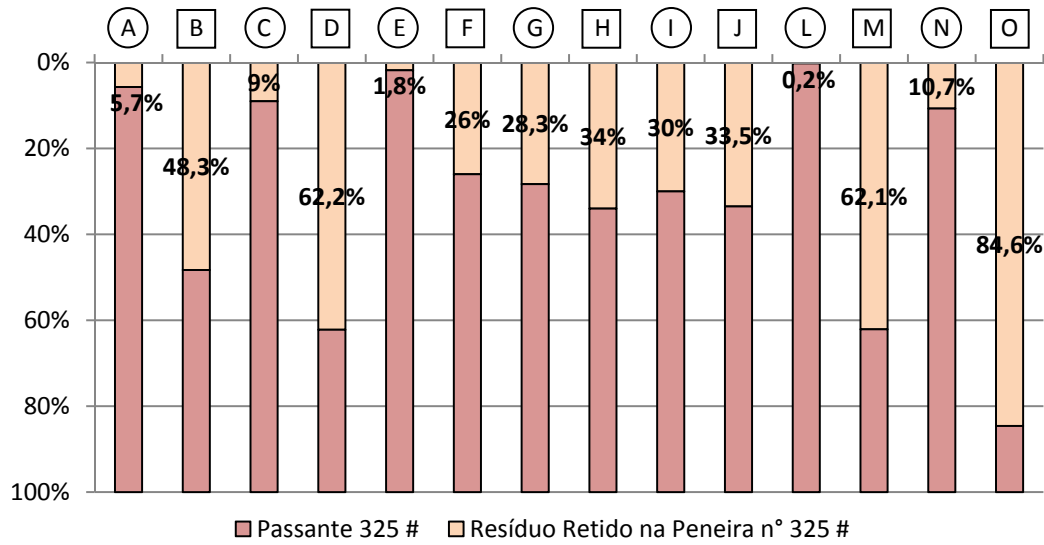
A sanidina presente nas amostras I e L pode estar relacionada às rochas vulcânicas da suíte Messejana (Traquitos), que também pode ser responsável pela presença de zircão detrítico na amostra I.

## **5.2 Caracterização tecnológica**

As amostras enviadas para caracterização tecnológica foram inicialmente analisadas quanto ao percentual de “resíduo” retido na peneira de malha 325 mesh (0,044 mm). Os resultados são expressos no Gráfico 02, enquanto que no Gráfico 03 estão representados os percentuais relativos de grãos (Ver Capítulo - *Materiais e Métodos*) nas faixas de 2 mm, 0,71mm, 0,355 mm, 0,177 mm, 0,149 mm e 0,044 mm, em relação ao percentual retido acima de 0,044 mm, em comparação ao Gráfico anterior).

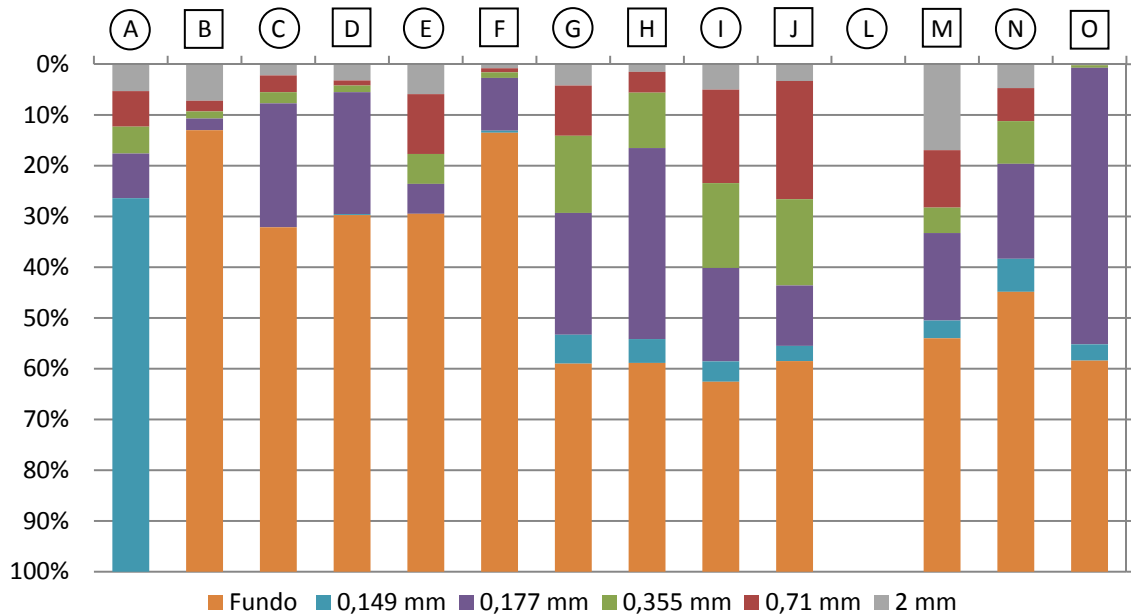
Após a análise de distribuição granulométrica desse “resíduo”, observa-se uma maior representatividade das frações superiores da areia nas amostras I, J e M. Essas três argilas foram recolhidas no rio Ceará (I e J) e no rio Baú (M), sendo que esta última apresenta o maior percentual de grãos acima de 2 mm.

Gráfico 02 – Percentual de “resíduo” retido na peneira 325 mesh (0,044 mm). Símbolos: círculo = argila “gorda”, quadrado = argila “magra”.



Fonte: Autor.

Gráfico 03 – Análise do percentual relativo de grãos nas faixas de 2 mm, 0,71mm, 0,355 mm, 0,177 mm, 0,149 mm e fundo (0,044 mm), em relação aos percentuais retidos na peneira 325 mesh (0,044 mm), apresentados no Gráfico 02. Dados da amostra L considerados não representativos. Símbolos: círculo = argila “gorda”, quadrado = argila “magra”.



Fonte: Autor

Especificamente no caso da amostra M, a escolha de material argiloso com grãos maiores (> 2 mm) pode ser sugestiva, devido ao baixo percentual de resíduo encontrado na

amostra L (quase zero), sendo que esses materiais L (gorda) e M (magra) são utilizados para formação da mistura de massa em sua respectiva cerâmica. Como não foi obtido material retido significativo na amostra L, não foi possível aplicar a distribuição granulométrica do resíduo para este material (Gráficos 02 e 03).

Comparando-se as argilas consideradas “gordas” (A, C, E, G, I, L e N) com as “magras” (B, D, F, H, J, M, O) recolhidas para cada empresa cerâmica, as primeiras apresentaram maior representatividade de finos em relação às demais. Todas as argilas com menor plasticidade (magras), utilizadas em suas respectivas empresas cerâmicas magras estão acima do limite normalmente utilizado pelas cerâmicas para formação da massa a ser extrusada (30%), exceto pela argila F.

### ***5.2.1 Análise do resíduo***

A análise do “resíduo” é uma técnica utilizada na indústria cerâmica para identificar os componentes mineralógicos da fração acima de 325 mesh (0,044 mm) na argila. Essa análise revelou a presença de sílica (quartzo), mica (muscovita), óxido de ferro e matéria orgânica em todas as amostras.

As amostras B, G, I, M e N apresentaram efervescência após ataque com ácido clorídrico, devido à presença de grãos de calcário nas mesmas, corroborado pelos teores mais elevados para CaO nas amostras “gordas” G e I, de 4,89% e 5,22%, respectivamente (Ver Tabela 13 – página 64). Convém destacar que a perda ao fogo, observada nas argilas analisadas, está mais relacionada com a quantidade de matéria orgânica presente, considerando que as amostras G e I foram as que apresentaram menor variação no referido teste, 6,3% e 6,1%, respectivamente, enquanto que a amostra L revelou o resultado mais elevado, próximo de 10% (Ver Tabela 13 - página 64), onde é visualmente perceptível a grande quantidade de matéria orgânica presente, composta principalmente por raízes de carnaubeiras.

Evidencia-se a presença de minerais magnéticos em todas as argilas “gordas”, enquanto que nas “magras” tais grãos foram encontrados somente nas amostras B, H e J. Esses minerais propiciam o aumento no desgaste dos equipamentos, sendo de grande utilidade a retirada dos mesmos antes de introduzir a massa cerâmica no processo produtivo (Tabela 14).

Tabela 14 – Resultados da análise do resíduo.

Análise	Amostras	Resultado	Característica Pinatti <i>et al.</i> (2010)
Visual	Todas	Presença de quartzo e mica	Quartzo – Desgaste dos equipamentos Mica – dificulta a sinterização
Coloração esverdeada	Todas	Presença de óxido de ferro	Cor vermelha nas peças cerâmicas
Efervescência	B, G, I, M e N	Presença de calcário	Formação de bolhas
Imã	Todas as argilas “gordas” e B, H e J	Presença de minerais magnéticos	Desgaste dos equipamentos

Fonte: Autor.

### 5.2.2 Ensaios físicos

Conforme descrito no capítulo *Materiais e Métodos*, foram realizados ensaios físicos nas amostras individuais somente com as argilas “gordas”, e em seguida foram realizados os mesmos ensaios com as misturas de massas.

Durante o processo de caracterização individual das argilas gordas, somente foi possível a conclusão dos ensaios físicos para as argilas G e I, pois todos os corpos de prova das demais amostras trincaram após a queima a 950°C (Figura 29).

Figura 29 – Presença de trincas nos corpos de prova das amostras “gordas” após a queima. Não foi possível recolher os corpos de prova da amostra L após a queima



Fonte: Autor

Ressalta-se que as amostras G e I apresentaram percentuais de “resíduos” semelhantes aos utilizados na indústria cerâmica (entre 22 e 30%), enquanto que nas demais amostras “gordas” esses percentuais ficaram abaixo de 11%. Esse fato corrobora com a premissa dessa proporção granulométrica areia/finos como adequada para formação do extrusado para queima. Além disso, como os materiais extremamente argilosos normalmente necessitam ser misturados com argilas mais “fracas” para serem utilizados no processo cerâmico, a formação dessas fissuras é atribuída a grande quantidade das frações mais finas que sofrem forte ressecamento após a queima. Os resultados dos ensaios físicos para as amostras G e I são apresentados na Tabela 15.

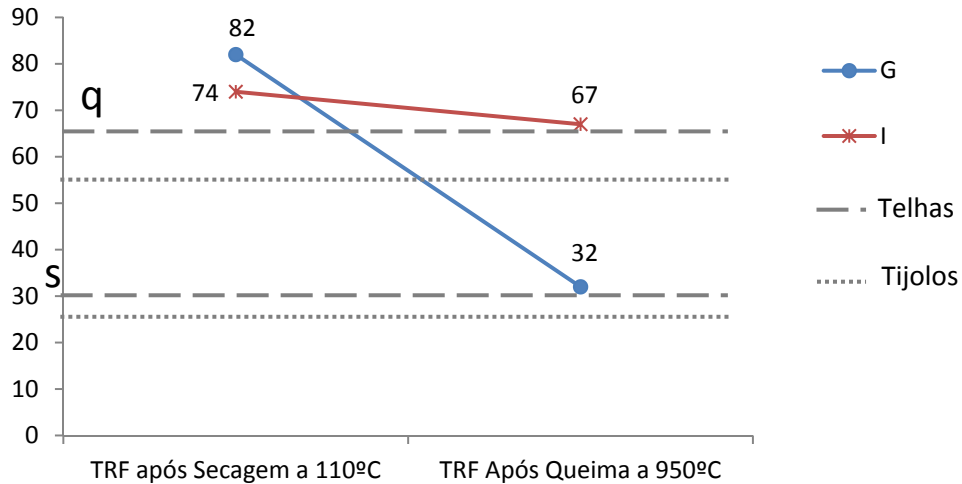
Tabela 15 – Resultados dos ensaios físicos para as amostras G e I.

<b>Características/Amostra</b>	<b>G</b>	<b>I</b>
Resíduo Retido na Peneira n° 325 da ABNT (%)	28,3	30
Umidade de Extrusão (%)	17	18,5
Retração Linear Após Secagem a 110°C (%)	6,3	7,2
*TRF após Secagem a 110°C (Kgf/cm <sup>2</sup> )	82	74
Perda ao Fogo a 950°C (%)	6,3	6,1
Retração Linear Após Queima a 950°C (%)	0,4	0,5
Resistência à Flexão Após Queima a 950°C (Kgf/cm <sup>2</sup> )	32	67
Absorção d'água a 950°C (%)	8,4	7,3
Porosidade Aparente a 950°C (%)	14,1	12,3
MEA – Massa Específica Aparente a 950°C (g/cm <sup>3</sup> )	1,67	1,67
Cor (tonalidade) Após Queima a 950°C	Vermelho	Vermelho

Fonte: Autor

Com a análise dos dados de resistência à flexão, foi possível verificar a queda nos valores após a queima a 950°C para as duas amostras em comparação aos resultados obtidos após a secagem à 110°C. Essa característica foi ainda mais acentuada na argila G, ao ponto da mesma ser inviabilizada para fabricação de telhas ou tijolos caso seja utilizada sem a mistura de outros materiais argilosos (Gráfico 04).

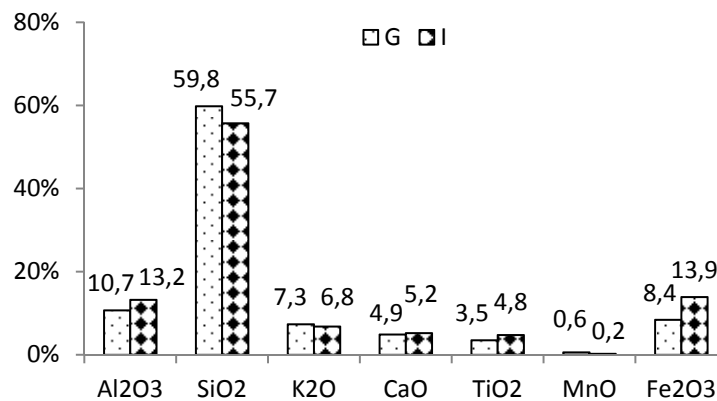
Gráfico 04 – Limites mínimos tracejados para tensão após secagem e após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e telhas (linhas tracejadas) e telhas, segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Percebe-se a queda acentuada da resistência da amostra G após a queima, inviabilizando-a na aplicação para telhas ou tijolos. Valores em Kgf/cm<sup>2</sup>.



Fonte: Autor

Comparando-se a amostra G com a amostra I observa-se que os resultados para análise do “resíduo”, distribuição granulométrica e perda ao fogo são muito semelhantes, descartando a hipótese da influência de algum desses fatores de forma isolada na queda acentuada da resistência à flexão da amostra G. Ainda com base nos resultados de fluorescência de raios X, constata-se que os percentuais do óxido de alumínio (refratário) e de ferro (que impacta na redução da resistência), são ainda maiores para amostra I (Gráfico 05), embora a amostra G apresente maior conteúdo de sílica (refratário).

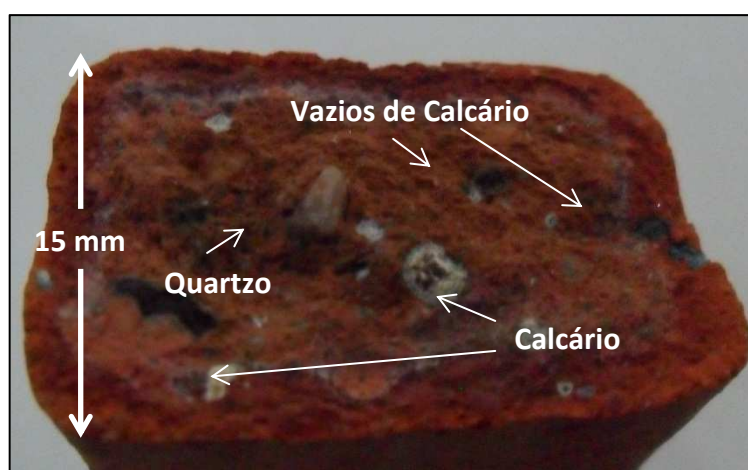
Gráfico 05 – Dados de fluorescência de raios X para as amostras G e I.



Fonte: Autor

Pressupõe-se como a causa da queda na resistência à flexão após a queima nas duas argilas, à presença de grãos de calcário, demonstrada na Figura 30, sendo inclusive observados pequenos pontos esbranquiçados na superfície dos cp's, devido tais grãos não terem sido totalmente decompostos durante a queima. A presença de calcário durante o processo de sinterização promove a geração de óxido de cálcio, responsável por provocar bolhas, e consequentemente, a falência estrutural do produto cerâmico, conforme relatado em Soares *et al.* (2012) e Oliveira *et al.* (2011) e descrito no referencial teórico. Esse fato é corroborado pelo maior percentual de CaO nessas duas amostras, de 4,9% em G e 5,2% em I, quase duas vezes a média relativa das demais argilas “gordas”, que é de apenas 2,61% (Ver Tabela 13, Gráfico 05).

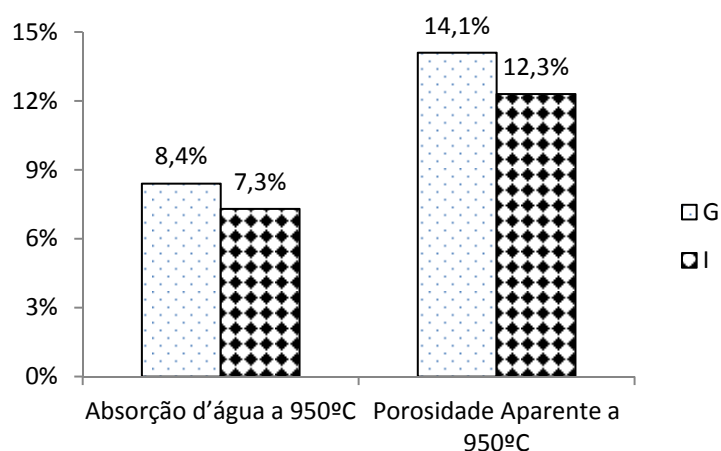
Figura 30 – Seção de ruptura da amostra G a partir do ensaio de TRF após queima. Presença de grãos de calcário de até 2,5 mm contribui para reduzir a resistência do material.



Fonte: Autor

Em segundo lugar, comparativamente, como as partículas de calcário são maiores na amostra G, quando ocorre a queima dos cp's, os espaços vazios deixados por esses grãos também são maiores, o que impede que o contato intergrãos durante a queima seja mais efetivo, determinando a queda na resistência (Gráfico 06). Esse fato é corroborado pela interpretação de Soares (2007), de que a simples decomposição térmica do calcário denota um aumento de porosidade nos sólidos.

Gráfico 06 – Resultados de absorção d’água e porosidade aparente para as amostras G e I.



Fonte: Autor

Embora tenha sido realizado o ensaio de plasticidade para todas as argilas “gordas”, no caso das argilas “magras” o referido teste foi concluído somente para os materiais H e M. As demais amostras não forneceram “ligamento” suficiente para formação do molde necessário para realização dos testes de Água de Amassamento e Água de Esfarelamento.

A Tabela 16 apresenta a classificação das amostras analisadas segundo o índice de plasticidade de cada uma, comparativamente ao descrito por Pinatti *et al.* (2010). Essa classificação, baseada nos resultados do índice de plasticidade, aponta que a maioria das argilas “gordas” apresenta caráter excessivamente plástico, o que também pode ter melhor avaliação a partir da comparação com o percentual retido na malha 325 mesh (Tabela 16), onde se percebe que todas as argilas altamente plásticas apresentaram maior quantidade de finos (ver Gráfico 02). Essa plasticidade excessiva pode provocar a ocorrência de trincas durante a secagem/queima, o que corrobora com o fato de somente as argilas G e I, com uma maior proporção de grãos maiores, terem sido as únicas que não apresentaram trincas após a queima (950°C). Já a argila M apresenta um baixo índice de plasticidade decorrente do excessivo percentual de grãos maiores em sua composição.

Tabela 16 – Classificação das amostras conforme o índice de plasticidade.

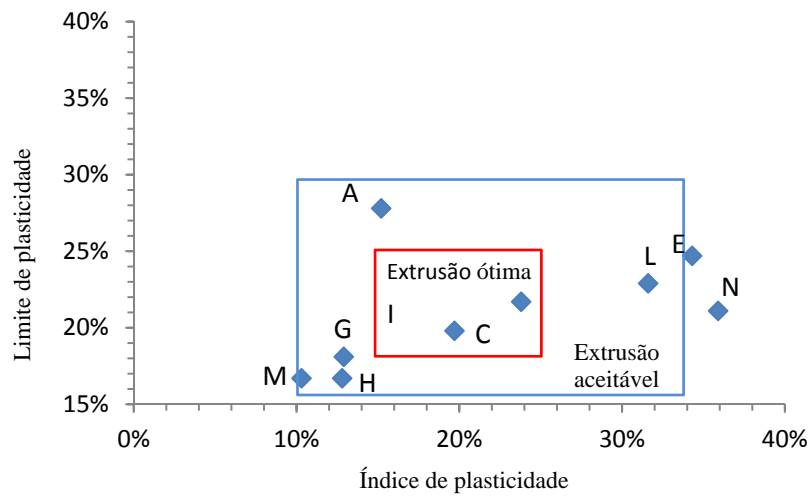
Amostra	Retido malha 325 # (%)	Limite de liquidez (%)	Limite de Plasticidade (%)	Índice de plasticidade (%)	Classificação segundo Pinatti <i>et al.</i> (2010)
A	5,7	43,0%	27,8%	15,2%	Boa
C	9,0	45,5%	21,7%	23,8%	Excessivamente Plástica
E	1,8	59,0%	24,7%	34,3%	Excessivamente Plástica
G	28,3	31,0%	18,1%	12,9%	Regular
H	34,0	29,5%	16,7%	12,8%	Regular
I	30,0	39,5%	19,8%	19,7%	Excessivamente Plástica
L	0,2	54,5%	22,9%	31,6%	Excessivamente Plástica
M	62,1	27,0%	16,7%	10,3%	Material de Capa
N	10,7	57,0%	21,1%	35,9%	Excessivamente Plástica

Fonte: Autor.

No Gráfico 07 estão plotados os resultados para os limites de plasticidade x índice de plasticidade para as argilas submetidas às análises tecnológicas individualmente (gordas), segundo o prognóstico de extrusão pelos Limites de Atterberg abordado em Marsigli *apud* Vieira *et al.* (2011).

Verifica-se que somente as argilas I e C apresentaram valores dentro dos limites considerados para extrusão ótima, enquanto que as demais revelaram valores dentro dos limites considerados para uma extrusão aceitável, exceto pelas argilas E e N, que apresentaram índices de plasticidade muito elevados (>34%). Destaca-se que a argila M apesar de ser enquadrada no contexto de uma extrusão aceitável, ficou muito próxima de não atender a esses limites, devido ao baixo índice de plasticidade (aproximadamente 10%).

Gráfico 07 – Prognóstico de extrusão das argilas, conforme os Limites de Atterberg.



Modificado de (Marsigli apud Vieira *et al.*, 2011).

A Tabela 17 apresenta uma comparação dos resultados do teste de plasticidade das amostras G e I com os ensaios de resistência a tensão e retração linear (ambos após secagem), onde é verificada uma correlação com as informações apresentadas em Gomes (2002) e descrita a seguir.

Tabela 17. Comparação dos resultados de plasticidade com os ensaios de resistência a tensão (TRF) e contração linear (RL), ambos após secagem, para as amostras G e I.

Amostra	Plasticidade	TRF após secagem (Kgf/cm <sup>2</sup> )	RL após secagem (%)	Argilomineral Predominante
G	Regular	82	6,3	Ilita
I	Excessiv. Plástica	74	7,2	Caulinita

Fonte: Modificado de Pinatti *et al.* (2010).

Nos dois casos os valores de resistência ficaram um pouco acima de 70 Kgf/cm<sup>2</sup>, enquanto que o percentual de retração foi inferior a 7% na amostra G e ligeiramente acima desse valor na amostra I. Tais resultados ficaram próximos dos resultados esperados com base em Gomes (2002), descrito no referencial teórico, onde argilas com resistências acima de 70 Kgf/cm<sup>2</sup> são sugestivas da presença de ilita e abaixo disso, caulinitas. Da mesma forma, a ausência de esmectitas corrobora com as baixas retrações observadas nos materiais.

### 5.2.3 Análise das misturas de argilas

Para realização dos ensaios físicos das misturas, foi calculada previamente, uma estimativa do “resíduo” (> 0,044 mm) esperado para diferentes proporções de volumes, conforme descrito no capítulo *Materiais e Métodos*.

A Tabela 17 mostra as proporções de volume de argilas “gordas” e “magras” utilizadas em cada composição, definidas após os cálculos de misturas.

Tabela 18 – Volumes definidos para formação de misturas de argila após cálculo prévio do “resíduo” retido nas argilas “gordas” e “magras”.

<b>Proporções para mistura</b>	<b>Percentual estimado para o resíduo das misturas</b>	<b>Percentual obtido para o resíduo das misturas</b>
<b>1V A : 1V B</b>	27,00%	28,8%
<b>2V A : 1V B</b>	19,90%	22,7%
<b>1V C : 1V D</b>	35,60%	33,4%
<b>2V C : 1V D</b>	26,73%	25,0%
<b>1V E : 2V F</b>	17,93%	29,2%
<b>1V G : 1V H</b>	31,15%	34,8%
<b>1V I : 1V J</b>	31,75%	33,4%
<b>2V L : 1V M</b>	20,83%	20,3%
<b>3V N : 1V O</b>	29,18%	27,6%

Fonte: Autor

As massas misturadas foram submetidas aos mesmos ensaios de caracterização das amostras individuais para identificação da aplicabilidade dos materiais na indústria cerâmica, cujos resultados estão representados na Tabela 18.

Todas as composições de mistura apresentaram tonalidade vermelha após a queima, reflexo da presença do óxido de ferro observado durante as análises de cada “resíduo”.

Tabela 19 – Resultados dos ensaios físicos para as misturas de argilas.

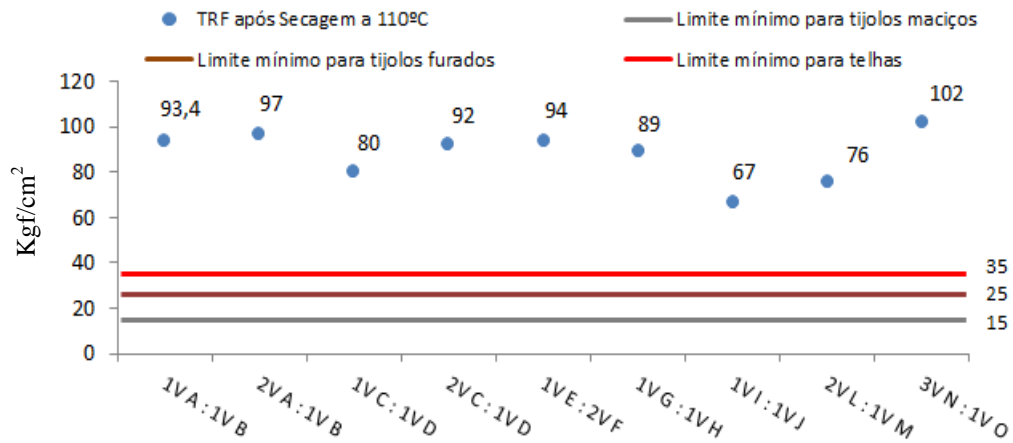
Ensaio/ Volumen	Rio Pacoti		Rio Baú	Rio Choró			Rio São Gonçalo	Rio Anil	Rio Ceará
	1V A : 1V B	2V A : 1V B	2V L : 1V M	1V C : 1V D	2V C : 1V D	3V N : 1V O	1V E : 2V F	1V G : 1V H	1V I : 1V J
Resíduo Retido na Peneira n° 325 da ABNT (%)	28,8	22,7	20,3	33,4	25,0	27,6	29,2	34,8	33,4
Umidade de Extrusão (%)	18,9	19,7	24,7	18,2	18,1	19,2	20,7	17,4	19,1
Retração Linear Após Secagem a 110°C (%)	6,3	6,2	7,2	7,0	6,0	6,6	7,6	6,9	7,9
Retração Linear Após Queima a 950°C (%)	1,0	1,4	0,8	1,6	0,9	0,8	0,4	0,2	0,2
TRF após Secagem a 110°C (Kgf/cm <sup>2</sup> )	93,4	97,0	76,0	80,0	92,0	102,0	94,0	89,0	67,0
TRF Após Queima a 950°C (KSgf/cm <sup>2</sup> )	123,2	194,0	186,0	100,0	173,0	163,0	162,0	89,0	74,0
Perda ao Fogo a 950°C (%)	7,0	8,5	9,9	6,2	7,6	8,3	6,7	6,5	5,6
Absorção d'água a 950°C (%)	6,5	5,3	4,8	7,8	6,6	5,8	6,8	7,5	8,3
Porosidade Aparente a 950°C (%)	11,5	9,5	8,7	13,4	11,4	10,2	12,1	13,1	14,5
Massa Específica Aparente a 950°C (g/cm <sup>3</sup> )	1,7	1,8	1,8	1,6	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7

Fonte: Autor

Os ensaios de Tensão de Ruptura à Flexão (TRF) após a secagem (Gráfico 08) e após a queima a 950°C (Gráfico 09) e o teste de absorção d'água (Gráfico 10) apresentaram respostas dentro dos limites definidos por Santos (1989) para fabricação de telhas e tijolos.

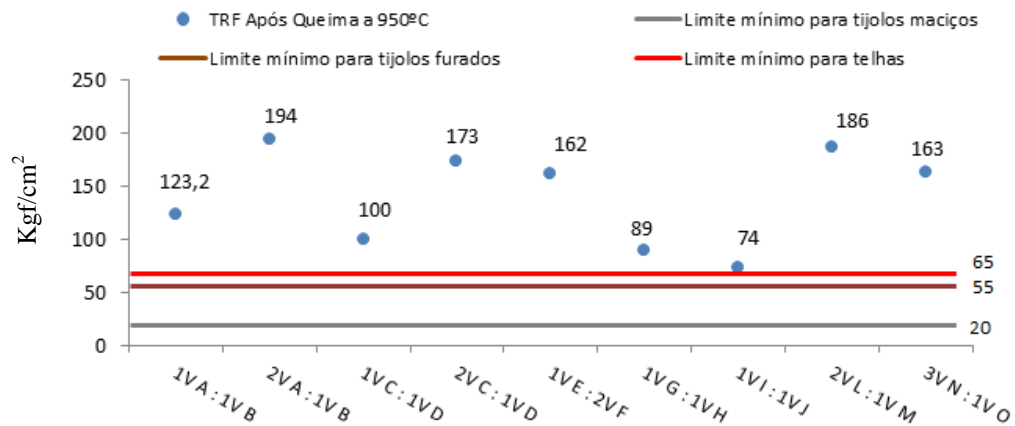
Vale ressaltar que os resultados de resistência das misturas GH e IJ foram avaliados como muito próximo dos limites de TRF após a queima, quase que inviabilizando tais proporções.

Gráfico 08 – Comparação dos resultados do teste de TRF após secagem à 110° C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em Kgf/cm<sup>2</sup>.



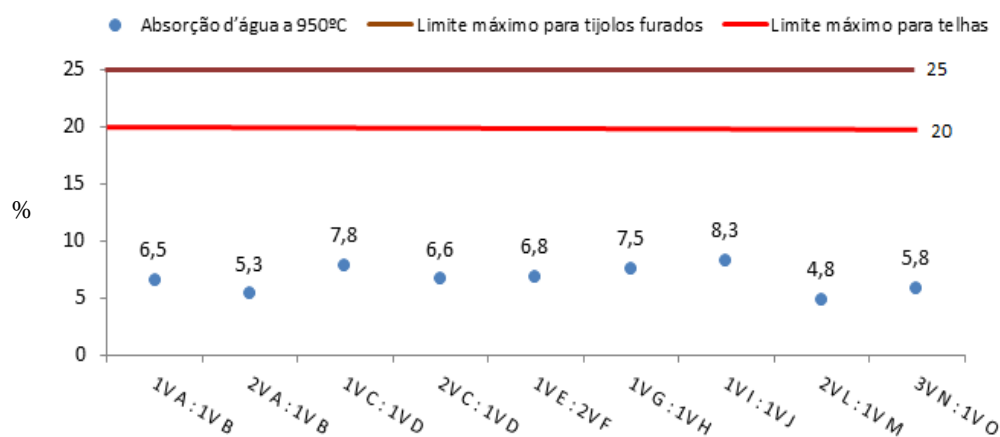
Fonte: Autor

Gráfico 09 – Comparação dos resultados do teste de TRF após queima a 950° C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em Kgf/cm<sup>2</sup>.



Fonte: Autor.

Gráfico 10 – Comparação dos resultados do teste de absorção d’água após queima a 950°C para as misturas de argilas, com os limites aplicáveis a produtos cerâmicos, segundo Santos (1989). Valores em %.

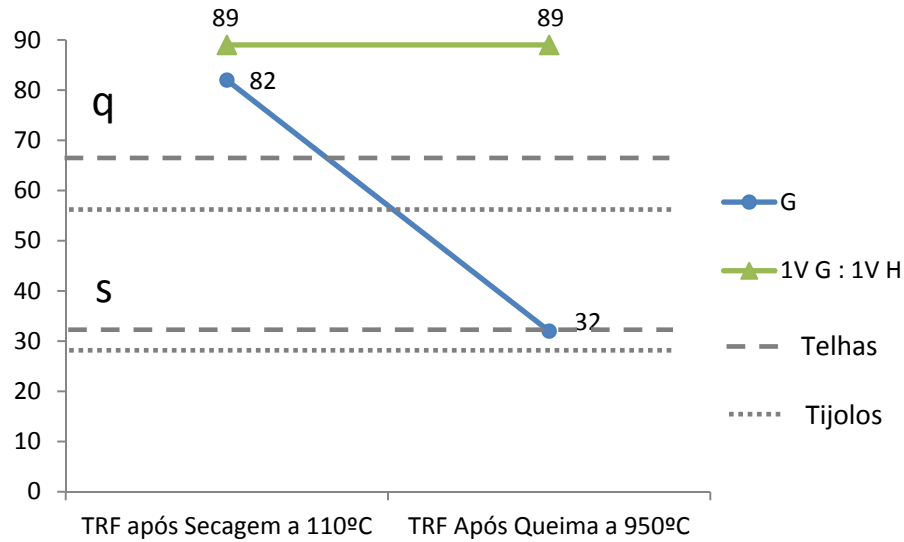


Fonte: Autor

Comparando-se o resultado para TRF da mistura GH com a amostra G analisada individualmente (Gráfico 11), é possível observar com base no percentual de “resíduo” das amostras G e H (28,3% e 34%, respectivamente) que mesmo que os valores sejam relativamente próximos, a simples mistura das argilas nas mesmas proporções é suficiente para atender aos limites mínimos de TRF para fabricação de telhas e tijolos. Ressalta-se que não foram identificados grãos de calcário na amostra H, o que comprova que a presença desses grãos é responsável pela queda da resistência após a amostra G ser queimada. O mesmo ocorre com a mistura IJ que apresenta uma significativa melhora no resultado de TRF após queima devido à argila J não conter grãos calcários (Gráfico 12).

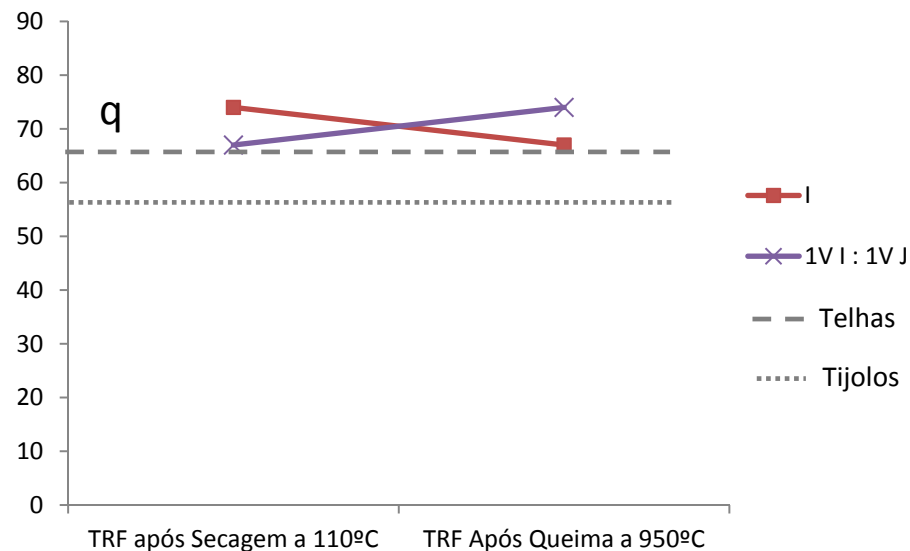
Observa-se nos casos onde foram realizadas análises para duas diferentes proporções de volumes para as misturas (AB e CD), que os resultados dos testes apresentam melhora com o aumento no volume de argila “gorda”. Comparativamente, no teste de TRF após a queima, os resultados chegam a apresentar diferença de até 73% na resistência do material com um maior percentual de argila “gorda” na composição da mistura 2V C + 1V D em relação à 1V C + 1V D (Ver Gráfico 09).

Gráfico 11 – Resultados de TRF para a amostra G e sua respectiva mistura GH comparados com os limites mínimos para tensão após secagem e após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e telhas (linhas tracejadas), segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Valores em Kgf/cm<sup>2</sup>.



Fonte: Autor

Gráfico 12 – Resultados de TRF para a amostra G e sua respectiva mistura GH comparados com os limites mínimos para tensão após queima para tijolos furados (linhas pontilhadas) e telhas (linhas tracejadas), segundo Santos (1989). s: após secagem; q: após queima. Valores em Kgf/cm<sup>2</sup>.

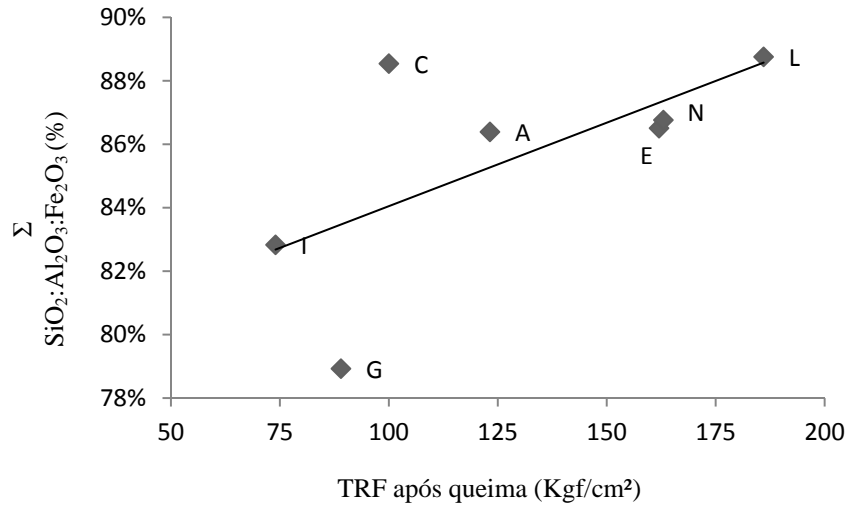


Fonte: Autor

Com base nos resultados de fluorescência de raios X, percebe-se uma correlação entre o somatório dos refratários e a TRF após a queima, onde as argilas que acumulam maior

presença destes tendem a expressar maiores resistências, conforme verificado na linha de tendência do Gráfico 13.

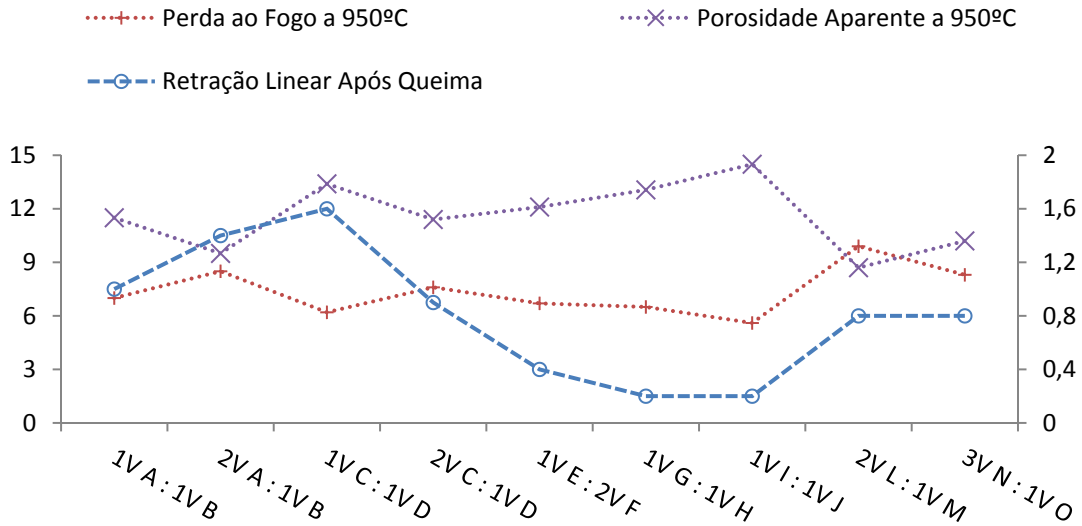
Gráfico 13 – Gráfico de dispersão comparativo entre o somatório dos componentes refratários das argilas “gordas” e a TRF de suas misturas.



Fonte: Autor

O Gráfico 14 mostra uma comparação dos resultados do teste de retração linear após queima a 950°C com os testes de perda ao fogo e porosidade aparente na mesma temperatura, é possível perceber uma correlação (exceto pela mistura 1V C + 1V D) direta da retração linear com o aumento/redução da perda ao fogo e inversa, com o teste de porosidade. Com relação à distorção identificada na mistura 1V C + 1V D, pode-se inferir ao maior percentual de partículas acima de 0,044 mm presente na massa, ultrapassando os 35,5%, quando a média das demais misturas é de aproximadamente 25,5%, o que pode representar uma maior porosidade aparente e, conseqüentemente, maior absorção d'água. Além disso, essa quantidade diferencial de grãos maiores pode contribuir em uma redução mais acentuada nas dimensões do corpo de prova, pela acomodação dos espaços vazios entre os grãos maiores durante a sinterização, preenchidos com partículas mais finas.

Gráfico 14 – Comparação dos resultados para as misturas de argilas, nos testes de retração linear (escala da direita), perda ao fogo e porosidade aparente (escala da esquerda), todos após queima a 950° C. Dados em %.

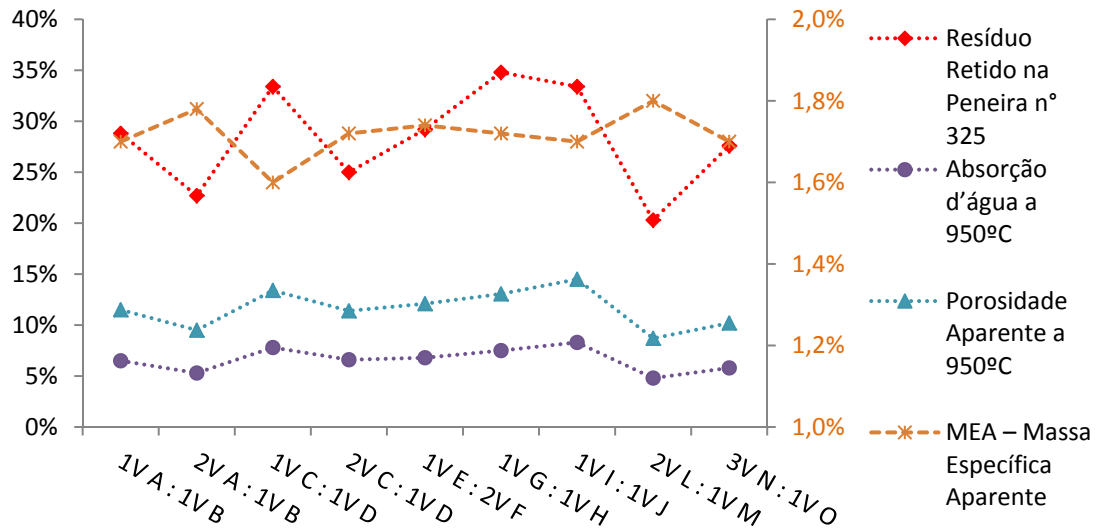


Fonte: Autor

Os dados obtidos no teste de percentual de “resíduo” retido corroboram com a representatividade do tamanho dos grãos com os resultados nos testes de porosidade. O Gráfico 15 apresenta essa relação do aumento da porosidade com o aumento no percentual de material retido na peneira 325 mesh, onde também é possível perceber a relação direta de aumento/redução na comparação dos testes de porosidade e absorção d’água e inversa, com relação ao teste de massa específica aparente.

Apesar do resultado de porosidade da amostra 1V I + 1V J ter registrado valor superior ao esperado a partir da comparação com o teste de “resíduo”, destaca-se que nos resultados de distribuição granulométrica para esse último teste mencionado, a mistura apresentou maior percentual de grãos acima de 0,355 mm (areia média a grossa), com aproximadamente 13,3% do retido na malha 325 mesh (Ver Gráfico 03), enquanto as demais misturas detém média de apenas 4,1% na mesma situação. Essa maior quantidade de grãos maiores também favorece a presença de uma quantidade maior de vazios entre os mesmos.

Gráfico 15 – Comparação dos resultados para as misturas de argilas dos testes de “resíduo” retido na peneira 325 mesh com os dados de porosidade aparente, absorção d’água e massa específica aparente após queima a 950° C. Dados em %. Escala do teste de massa específica aparente à direita.



Fonte: Autor.

## 6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

Conforme os dados obtidos é possível evidenciar que a rocha fonte e o ambiente deposicional apresentam papel importante no empacotamento dos grãos nas argilas da Região Metropolitana de Fortaleza, bem como em suas composições químicas. Desse modo, as argilas depositadas nas áreas de influência da Formação Barreiras tendem a apresentar uma granulometria com menor variação entre as faixas de grãos, cujo empacotamento reflete em resultados aparentemente melhores de resistência/retração e menor absorção d'água, quando comparadas as argilas depositadas em áreas de influência do embasamento, que detém uma maior variação nas frações granulométricas.

Quimicamente, argilas do embasamento detém maior percentual de sílica devido à menor intemperização da rocha fonte, enquanto no Barreiras, o cimento argiloso descrito em seus arenitos favorece a presença de teores de óxido de ferro mais elevados em suas argilas.

Os dados de difração de raios X e de microscopia eletrônica de varredura das argilas aluvionares da Região Metropolitana de Fortaleza corroboram com os resultados obtidos pelas análises de difração de raios X de Oliveira & Medeiros (1975), no que concerne a predominância de argilominerais cauliníticos nas argilas lacustres da RMF, embora não tenha sido percebida a mesma correlação com as argilas montmorilloníticas identificadas no referido trabalho, exceto por interestratificados de caulinitas-esmectitas. Também foram encontrados vários picos de ilitas nas amostras analisadas por difração, corroborados pelos resultados de EDS que apontaram a relação sílica/alumínio em 2:1 em vários grãos, considerando que não foram identificados argilominerais expansivos.

Refere-se que a sanidina presente nas amostras I e L pode estar relacionada às rochas vulcânicas da suíte Messejana (Traquitos), que também pode ser responsável pela presença de zircão detrítico na amostra I.

O prognóstico de extrusão demonstra que todas as argilas “gordas” apresentaram valores dentro dos limites para uma extrusão aceitável, exceto pelas amostras E e N, por possuírem um alto índice de plasticidade, o que pode acarretar em um consumo maior de água no processo de extrusão da massa cerâmica para esses dois casos, bem como em um desgaste maior do equipamento.

Os resultados de plasticidade, resistência à tensão após secagem e retração linear após secagem, apresentaram uma correlação com tipo de argilomineral predominante nas

amostras G e I (ilita e caulinita, respectivamente) e o esperado com base nas informações de Gomes (2002).

As análises de caracterização tecnológica revelam que, apesar das amostras G e I terem sido as únicas onde foi possível a realização dos ensaios, a amostra I é a única passível de aplicação direta na fabricação de telhas ou tijolos, sem a necessidade de mistura, devido à resposta da amostra G ao teste TRF após queima ter se revelado não satisfatória aos limites mínimos necessários. Esse fato é explicado pela formação de óxido de cálcio durante o processo de sinterização dos grãos de calcário, o que provoca vazios no corpo cerâmico e torna o produto final deficiente. Nesse caso, a simples mistura da argila G com sua respectiva argila “fraca” utilizada pela indústria cerâmica, foi suficiente para produzir um material que atendesse aos limites aceitáveis para fabricação de telhas e tijolos.

Com relação às proporções definidas para as misturas de argilas “gordas” e “magras”, todas se mostraram satisfatórias na fabricação de produtos voltados para a indústria de cerâmica vermelha, ressaltando que a análise preliminar do “resíduo” se mostrou eficaz para formação de uma mistura adequada em todas as amostras.

Nos casos onde foram realizadas análises para duas diferentes proporções de volumes para as misturas foi verificado que os resultados dos testes de caracterização tecnológica apresentaram melhora com o aumento no volume de argila “gorda”, onde no teste de TRF após a queima, tais resultados chegaram a apresentar diferença de até 73% na resistência do material com um maior percentual de argila “gorda” na composição da mistura. Deve-se levar em consideração que as reservas de argilas mais plásticas são normalmente inferiores em comparação às argilas de menor plasticidade, significando que a maior utilização desse tipo de material reduz diretamente o tempo de vida útil de uma jazida em atividade.

Comparativamente, as proporções calculadas neste trabalho para as misturas forneceram resultados na maioria dos casos muito superiores aos limites mínimos exigidos para fabricação de telhas e tijolos, como no caso da mistura 2VA:1VB, cujo resultado de TRF foi quase 200% maior que o necessário para fabricação de telhas, e mais de 250% excedente em relação a fabricação de tijolos, demonstrando que o volume da argila “gorda” na composição da mistura ainda pode ser reduzido, para um melhor aproveitamento da jazida.

Os resultados de fluorescência de raios X revelaram uma correlação entre o somatório dos refratários e a TRF após a queima, onde as argilas que acumulam maior presença destes tenderam a expressar maiores resistências.

Recomenda-se às indústrias cerâmicas da região avaliar o uso da técnica de análise preliminar do “resíduo” em sua rotina de trabalho, buscando a diminuição do retrabalho e perda do material após a “cozedura”. Como os resultados das análises tecnológicas se mostraram superiores ao necessário, recomenda-se ainda uma análise adicional de outras proporções de misturas em cada cerâmica, com base no percentual de resíduo de suas argilas “gordas” e “magras”, para uma melhor recuperação da jazida.

Recomenda-se um estudo mais detalhado sobre a correlação da rocha fonte e do ambiente deposicional, com os resultados de ensaios físicos para argilas da RMF e/ou de outras áreas. Um segundo estudo pode ser elaborado para correlação das argilas aluvionares da RMF, com os solos e litotipos encontrados na região, considerando as áreas de deposição e os rios que os cortam. Para isso sugere-se a realização de análises de difração e fluorescência para uma série de amostras de argila ao longo de um mesmo rio, comparadas com amostras de corpos geológicos encontrados próximos e/ou na mesma sub-bacia.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABCERAM. Informações Técnicas - Matérias-Primas Naturais. Argila. Disponível em: <<http://www.abceram.org.br/site/?area=4&submenu=47>>. Acessado em: 21 set. 2015.

ALMEIDA, F. F. M. de. Geologia e Petrologia do Arquipélago de Fernando de Noronha. Rio de Janeiro: DNPM/DGM, 1958.

ALMEIDA F. F. M.; HASUI Y.; BRITO NEVES B. B; FUCK R. A. Províncias Estruturais Brasileiras. In: 8 Simpósio de Geologia do Nordeste, 1977, Campina Grande. Atas... Campina Grande: SBG, 1977. p. 363-391.

ALBERS, A.P.F.; MELCHIADES, F.G.; MACHADO, R.; BALDO, J.B. & BOSCHI, A.O. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. *Cerâmica*, 48:34-37, 2002.

ALMEIDA, A. R.; PARENTE, C. V.; ARTHAUD, M. H. Geologia da Folha Itatira (SB.24-V-B-V). CPRM. Fortaleza. 2008.

ANCELMI, M. F; DOS SANTOS, T. J. S; REGINATO, R. A; AMARAL, W. S; MONTEIRO, L. V. S. Geologia da faixa Eclogítica de Forquilha, Domínio Ceará Central, noroeste da Província Borborema. *Brazilian Journal of Geology*, 43 (2013), pp. 235–252.

ARAÚJO, R.C.L.; RODRIGUES, E.H.V. & FREITAS, E.G. 2000. A. Materiais de Construção. Rio de Janeiro, Editora Universidade Rural, 2000. 203p.

ARTHAUD, M.H.; VASCONCELOS, A.M.; NOGUEIRA NETO, J.A.; OLIVEIRA, F.V.C.; PARENTE, C.V.; MONIÉ, J.P.; CABY, R.; FETTER, A.H. 1998<sup>a</sup>. Main Structural Features of Precambrian Domains from Ceará (NE Brazil). *International Conference on Precambrian and Cratons Tectonics*, Ouro Preto, Abstracts, 84-85.

BATISTA, C. T. A Mineração de Agregados na Região Metropolitana de Fortaleza: Impactos Ambientais e Conflitos de Uso e Ocupação do Solo. 2010. Dissertação de Mestrado. Departamento de Geologia. Universidade Federal do Ceará. Fortaleza. 2010. 147p.

BORTOLUZZI, E.C; PERNES, M; TESSIER, D. Interestratificado caulinita-esmectita em um Argissolo desenvolvido a partir de rocha sedimentar do Sul do Brasil. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, Viçosa, v.31, p.1291-1300, 2007.

BRAGA, A. de P. G; PASSOS, C. A. B; SOUZA, E. M. de. Projeto Fortaleza. Relatório Final. Recife. DNPM/CPRM. 1977. V 1.

BRANDÃO, R. L. Sistema de Informação para Gestão e Administração Territorial da Região Metropolitana de Fortaleza - Projeto Sinfor. Mapa Geológico da Região Metropolitana de Fortaleza - Texto Explicativo. Fortaleza: CPRM, 1995.

BRANDÃO, R. L. Sistema de Informações para gestão e administração territorial da Região Metropolitana de Fortaleza. Fortaleza: Projeto SINFOR. Diagnóstico geoambiental. CPRM. 1998. *In* MAGALHÃES, G. B; ZANELLA, M. E. Comportamento Climático da Região Metropolitana de Fortaleza. *Revista Mercator*, Fortaleza, v. 10, n. 23, p. 129-145, 2011.

BRASIL. DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. Plano Diretor de Mineração para a Região Metropolitana de Fortaleza. MME/SMM/DNPM/CPRM. Brasília. 1998. 192p.

BRITO NEVES, B. B. de. 1975. Regionalização geotectônica do Pré-cambriano nordestino. São Paulo. Tese de Doutorado. Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, Tese de Livre Docência. 198p.

CAMPOS, M.; BRAGA, A. P. G.; SOUZA, E. M.; SILVA, F. A. F.; FRANÇA, J. B. 1976. Projeto Rio Jaguaribe, Recife, CPRM/DNPM, v. 1.

CARVALHO, F. C. de. Visita Técnica Para Caracterização Tecnológica de Amostras de Argila. Teresina. Laboratório de Ensaios Tecnológicos de Argila - SENAI. 25 mai. 2015. Anotações.

CAVALCANTE, J. C.; VASCONCELOS, A. M.; GOMES, F. E. M. (2003). Mapa Geológico do Estado de Ceará. Escala 1: 500.000. Fortaleza: Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais/CPRM.

CEMINAS. Levantamento do Potencial de Substâncias Minerais de Emprego na Construção Civil da Região Metropolitana de Fortaleza. Companhia Cearense de Mineração (CEMINAS). Fortaleza. 1986. 30 p.

COLARES, J. Q. S. Mapeamento preliminar da região metropolitana de Fortaleza-CE escala 1: 100.000. Dissertação Mestrado. São Paulo. Universidade Estadual Paulista, Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Campus de Rio Claro. 1996. 181p.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. Disponível em: <<http://www.pucrs.br/edipucrs/online/microscopia.pdf>>. Acesso em: 08 out 2015.

Diário do Nordeste Online. Indústria cerâmica do Ceará assume 1º lugar no Nordeste. Fortaleza, 25 de agosto de 2012. Disponível em: <<http://diariodonordeste.verdesmares.com.br/cadernos/negocios/industria-ceramica-do-ceara-assume-1-lugar-no-nordeste-1.595439>>. Acessado em: 21 set. 2015.

DNPM. Departamento Nacional de Produção Mineral. Anuário Mineral Brasileiro. Brasília. No prelo. 2014.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Manual de análises químicas de solos, plantas e fertilizantes. 2.ed. Brasília, Informação Tecnológica, 2009. 628p.

IEL. Diagnóstico Socioeconômico da Indústria de Cerâmica Vermelha do Estado do Ceará. Relatório Técnico. Instituto Evaldo Lodi (IEL). Fortaleza. 2012. 80p.

INESP. Caderno Regional das Bacias Metropolitanas. Coleção Cadernos Regionais do Pacto das Águas, v.9. INESP. Fortaleza. 2009. 135p.

FARIA, D.L.A. de; CONSTANTINO, V. R. L; DIAS, P. M. Argilas saturadas com de tetrakis(N-metil-4-piridil) porfirina: influência das características dos filossilicatos nos deslocamentos batocrômicos da banda Soret. In: 23a. Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química - SBQ, 2000, Poços de Caldas, 2000.

FETTER, A. H. U-Pb and Sm/Nd Geochronological Constraints on the Crustal Framework and Geologic History of Ceará State, NW Borborema Province, NE Brazil: Implications of the Assembly Gondwana. Kansas, 1999. 164 p. Tese (Doutorado em Geologia) – Departamento de Geologia, Universidade de Kansas, Lawrence, USA.

GOMES, C. S. F. 2002. Argilas: Aplicações na Indústria. O Liberal, Empresa de Artes Gráficas. Aveiro. 337 p.

GOMES, J. R. C; GATTO, C. M. R. P; SOUZA, G. M. C; LUZ, D. S; TEIXEIRA, W. 1981. Projeto Radambrasil, Folha SB. 24/25 - Jaguaribe/Natal. Rio de Janeiro, 300p.

GRUN, E. Caracterização de Argilas Provenientes de Canelinha/SC e Estudo de Formulações de Massas Cerâmicas. Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville. 2007. 60p.

LABOGEF. O Que São e Para Que Servem as Argilas – Implicações Gerais no Domínio Geotécnico. Laboratório de Geomorfologia, Pedologia e Geografia Física. Instituto de Estudos Sócio-Ambientais. Universidade Federal de Goiás. Goiás. 2015. Disponível em: <[http://www.labogef.iesa.ufg.br/labogef/arquivos/downloads/Mineralogia%20%28silicatos%20-%20argilas%29\\_68161.pdf](http://www.labogef.iesa.ufg.br/labogef/arquivos/downloads/Mineralogia%20%28silicatos%20-%20argilas%29_68161.pdf)>. Acesso em: 02 dez 2015.

MABESSONE, J.M. História Geológica da Província Borborema (NE Brasil). Revista de Geologia, Fortaleza, V. 15, p. 119-129. 2002.

MAGALHÃES, G. B; ZANELLA, M. E. Comportamento Climático da Região Metropolitana de Fortaleza. Revista Mercator, Fortaleza, v. 10, n. 23, p. 129-145, 2011.

MÁS, E. 2002. Qualidade e Tecnologia em Cerâmica Vermelha, Editora Pólo Produções Ltda, São Paulo in GRUN, E. Caracterização de Argilas Provenientes de Canelinha/SC e Estudo de Formulações de Massas Cerâmicas. Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville. 2007. 60p.

MARSIGLI, M.; DONDI, M.; Plasticità delle Argille Italiane per Laterizi e Previsione del Loro Comportamento in Foggatura *L'Industria dei Laterizi*, v. 46, 1997, 214 in VIEIRA, C. M. F; PINHEIRO, R. M. Avaliação de Argilas Cauliníticas de Campos dos Goytacazes Utilizadas Para Fabricação de Cerâmica Vermelha (Evaluation of Kaolinitic Clays from Campos dos Goytacazes Used for Red Ceramic Fabrication). Revista Cerâmica, v. 57, p. 319-323, 2011.

MORAES, L. M. B de. Utilização de Duas Variantes da Fluorescência de raios X (EDXRF e TXRF) na Determinação de Chumbo em Águas e Sedimentos. 2004. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo. Centro de Energia Nuclear na Agricultura. São Paulo, 2004. 96 p.

MORAIS, J. B. A. Projeto Fortaleza: Hidrogeologia e Controle Tecnológico nas Perfurações de Poços Tubulares no Município de Fortaleza. 1984. Fortaleza/CE: DNPM/CPRM, 2 vol. 1984.

NANUM. Óxido de Cálcio. Disponível em: <<http://nanum.com.br/interna.php?area=produto&idIdioma=1&escolha=24>>. Acessado em 15 dez. 2015.

NASCIMENTO, D. A.; GAVA, A; PIRES, J. L.; TEIXEIRA, W.; FRANÇA, F. A. B.; CABRA, E. M. A.; STAMFORD, W. J. P.; RIBEIRO, A. G.; BARROS, M. J. G.; FONSECA, R. A. 1981. Folha Fortaleza. Projeto RadamBrasil. Levantamento de Recursos Naturais. Rio de Janeiro, MME, Vol.21, p.23-212.

OLIVEIRA, J. C. da S.; LIRA, B. B.; YADAVA, Y. P.; MUNIZ E SILVA, C. M.; SANTOS, T. W. G. Importância do Carbonato de Cálcio na Fabricação de Tijolos. Revista Cerâmica Industrial. Volume 16 - Número 5-6. Setembro/Dezembro. 2011. p 34-38.

OLIVEIRA, J. C.; MEDEIROS, M. F. Projeto diatomito/argila, Recife: SUDENE/CPRM, 1975, v.II e III. Relatório Final.

PICOLLI, R.; NASCIMENTO, G. C.; PERDONA, C. R.; PERUCCHI, P.B.; VITORETTE, P. J. ; WERNCKE, A. S. W. A Importância da Utilização da Difração de raios x na Caracterização de Argilas. In: 53º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2009, Guarujá. 2009.

PINATTI, A. A.; MONTEIRO, C. M. de O. L.; CARVALHO, F. C. de; BARBOSA, F. C.; FRANCO, M. N.; SOUSA, R. B. de. Apostila de Ensaio Cerâmicos. Centro de Tecnologia da Cerâmica Wildson Gonçalves. SENAI. Teresina. 2010. 112p.

RESENDE, M; CURI, N; KER, J. C; REZENDE, S. B. de. Mineralogia de solos brasileiros: interpretação e aplicações. 2. ed. Lavras: Editora UFLA, 2011. 201p.

SANTOS, P. S. 1989. Ciência e Tecnologia de Argilas. 2. ed. São Paulo. Editora Edgar Blücher, v 1.

SCAPIN, M. A. Aplicação da Difração e Fluorescência de Raios X (WDXRF): Ensaio em Argilominerais. 2003. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo. 2003.

SILVA, R. P. Simulação e análise do desempenho de um laboratório analítico em um cenário auto-sustentável. 2007. Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2007.

SOARES, B. D. Estudo da produção de óxido de cálcio por calcinação do calcário: caracterização dos sólidos, decomposição térmica e otimização paramétrica. 2007. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2007.

SOARES, R. A. L.; CASTRO, R. J. S.; NASCIMENTO, R. M. Estudo da potencialidade da aplicação de uma argila contaminada com calcário na produção de placas cerâmicas. *Cerâmica*. V 58. 2012. p 475-480.

SRH. Secretaria de Recursos Hídricos. Atlas dos Recursos Hidricos do Ceara. Fortaleza. 2003.

TEIXEIRA, W.; TOLEDO, M. C. M. de; FAIRCHILD, T. R.; TAIOLI, F. Decifrando a Terra. São Paulo: Oficina de Textos, 2000. 568 p.

UEL. SILVA, L. B. da; SAN MARTIN, J. A. B.; NASCIMENTO, M. A. C.; CAPELLO, O.; ANDRADE, C. G. T. de J.; ARAGÃO, P. H. A. Universidade Estadual de Londrina. Microscópio Eletrônico de Varredura e suas aplicações. Disponível em: <<http://www.uel.br/cce/fisica/sefis/xisefis/arquivos/resumos/r35.pdf>>. Acessado em: 08 out. 2015.

VIEIRA, C. M. F.; PINHEIRO, R. M. Avaliação de argilas cauliníticas de Campos dos Goytacazes utilizadas para fabricação de cerâmica vermelha (Evaluation of kaolinitic clays from Campos dos Goytacazes used for red ceramic fabrication). *Revista Cerâmica*, v. 57, p. 319-323, 2011.

Wikipédia. Região Metropolitana de Fortaleza. Disponível em: <[https://pt.Wikipedia.org/wiki/Regi%C3%A3o\\_Metropolitana\\_de\\_Fortaleza](https://pt.Wikipedia.org/wiki/Regi%C3%A3o_Metropolitana_de_Fortaleza)>. Acessado em: 10 nov. 2015.

## NORMAS

\_\_\_\_\_. NBR 7180: Solo - Determinação do Limite de plasticidade. Rio de Janeiro, out. 1984.

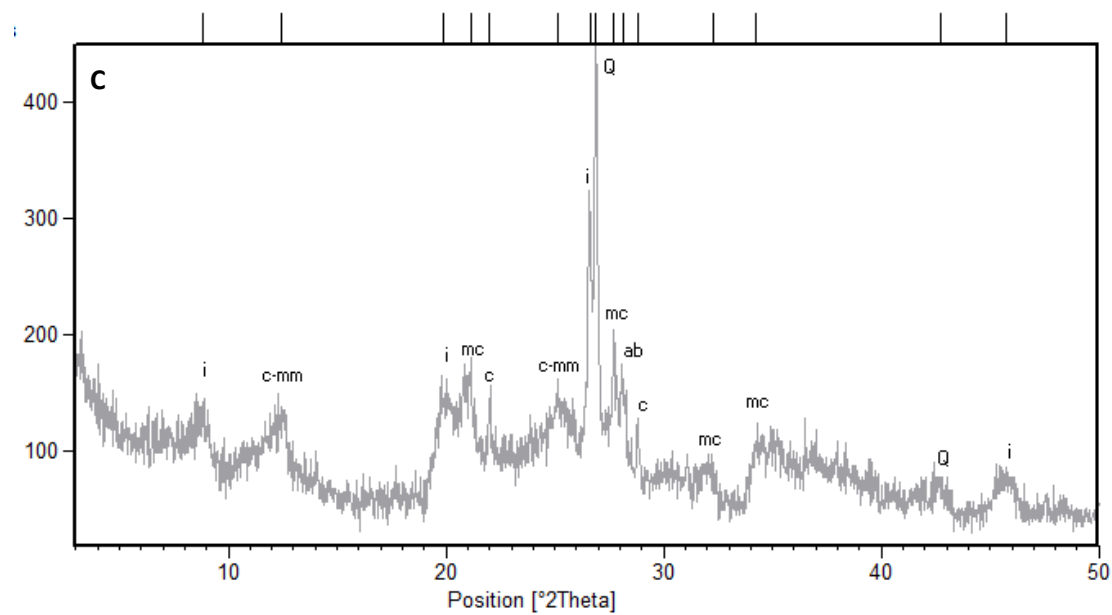
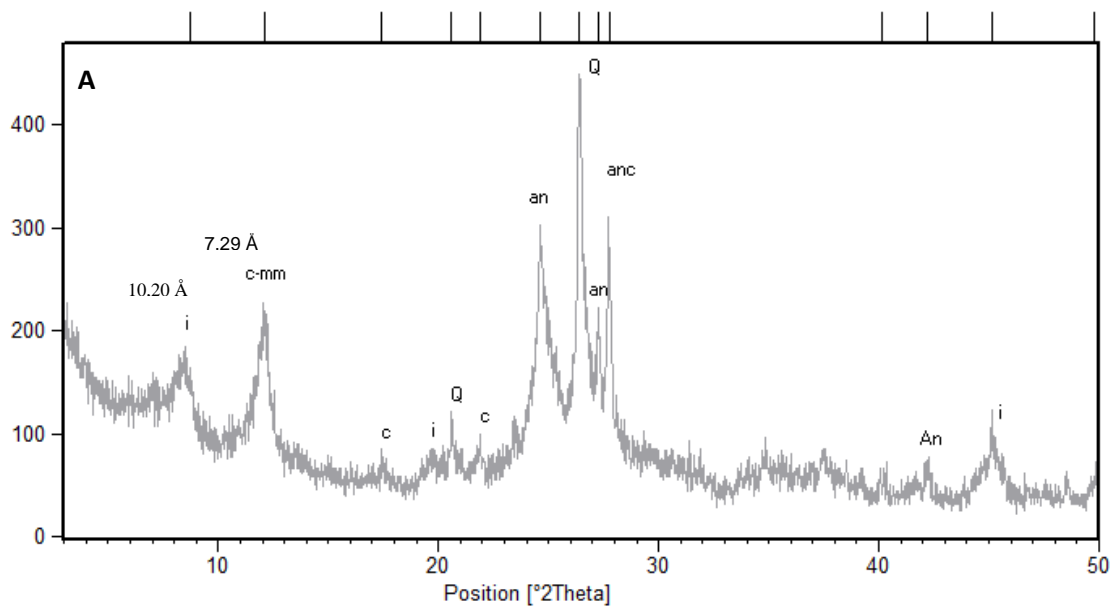
\_\_\_\_\_. NBR 6459: Solo - Determinação do Limite de liquidez. Rio de Janeiro, out. 1984.

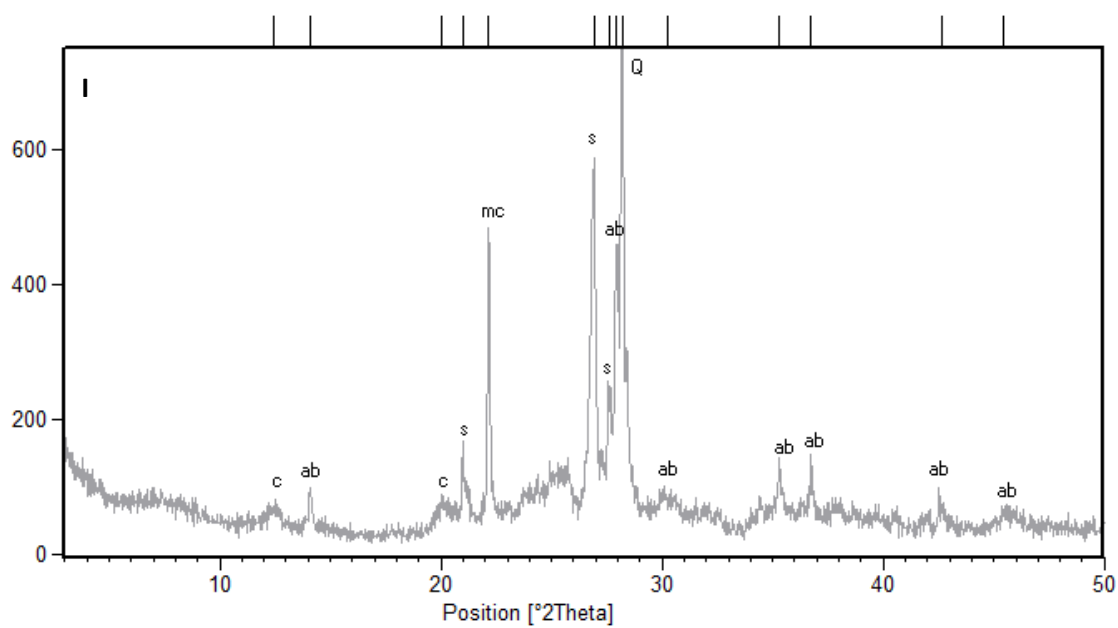
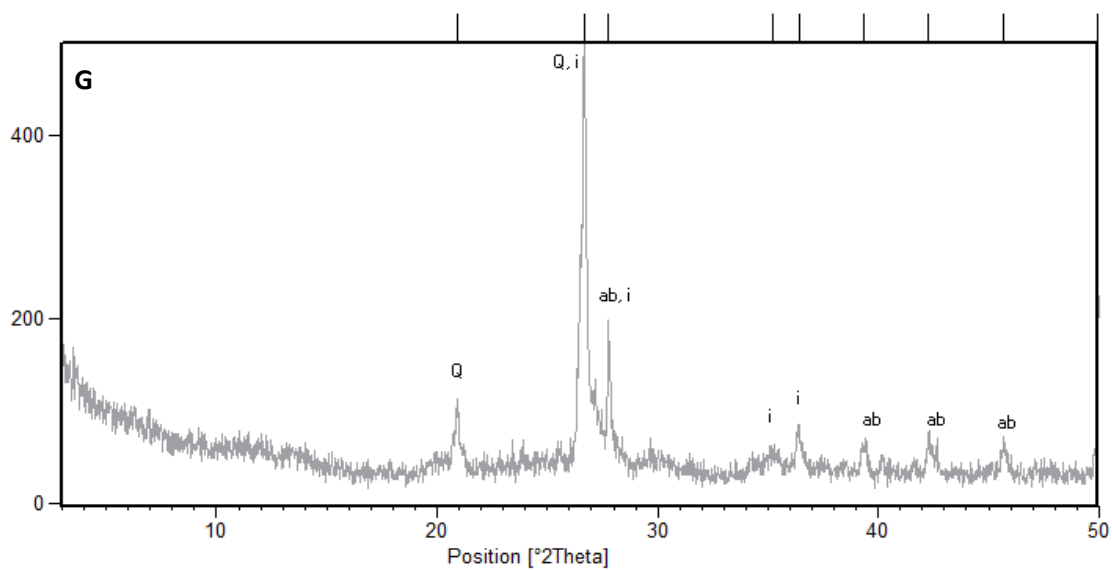
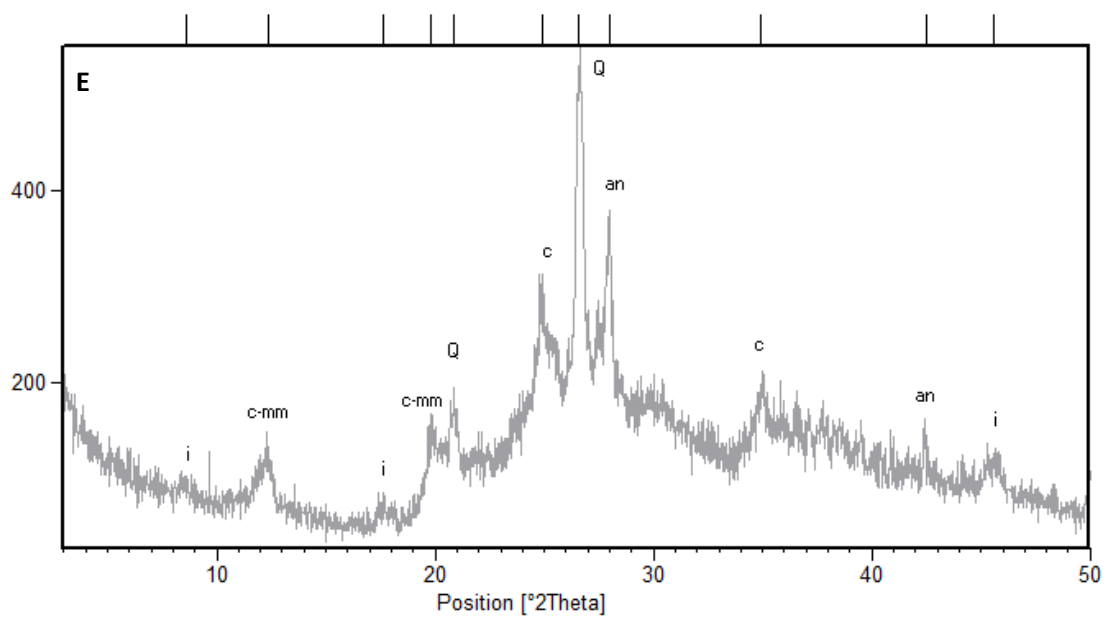
\_\_\_\_\_. NBR MB 305: Argila, argamassas, concreto, e cimento refratário - Determinação da Retração Linear após secagem. Rio de Janeiro, 1987.

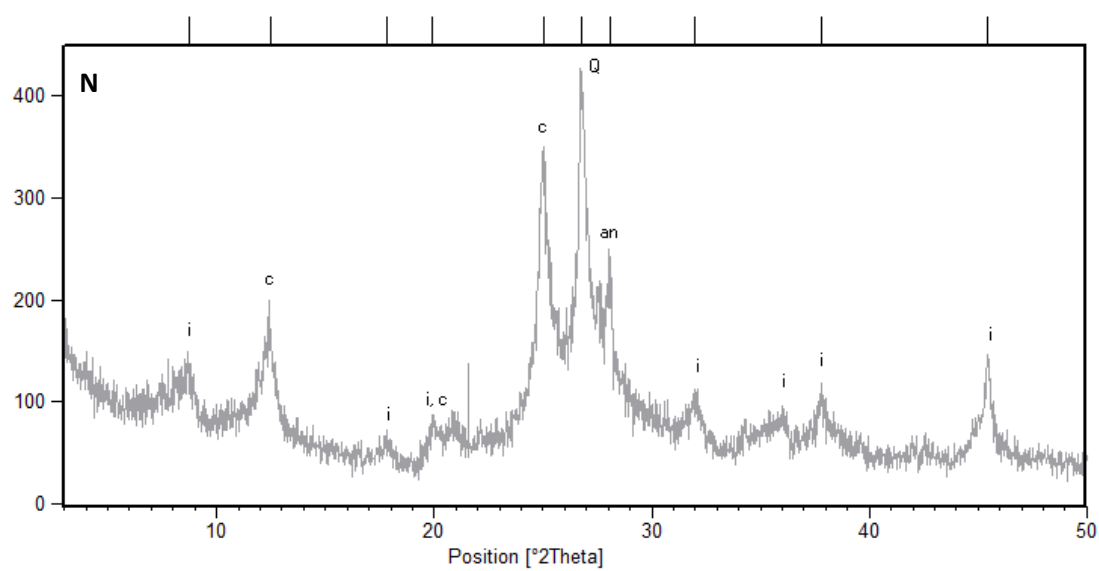
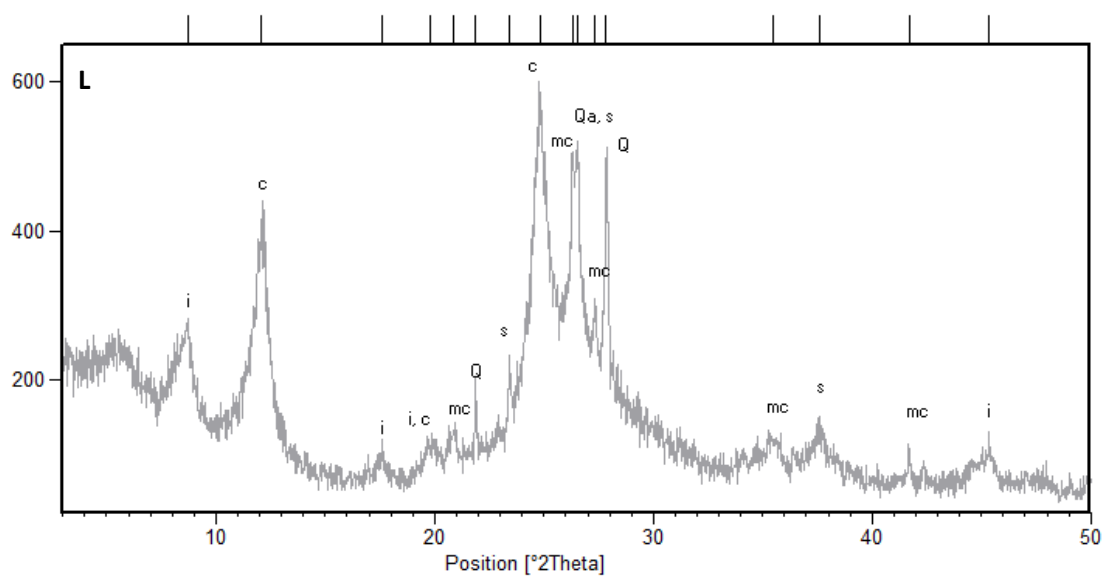
\_\_\_\_\_. NBR 6220: Materiais refratários densos conformados. Determinação da densidade de massa aparente, porosidade aparente, absorção e densidade aparente da parte sólida. Rio de Janeiro, mai. 1997.

\_\_\_\_\_. NBR 6113: Materiais refratários densos conformados. Determinação da resistência à flexão à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, jul. 1997.

**ANEXO A** - Resultados de análises de difração de raios X. O código da amostra está expresso no canto superior esquerdo em cada gráfico. Siglas: Q (quartzo), i (ilita), c (caulinita), c-mm (caulinita-montmorillonita), ab (albita), an (anortita), anc (anortoclásio), mc (microclínio), s (sanidina).







Fonte: Autor.

**ANEXO B** - Caracterização do “resíduo” retido na malha 325 mesh das amostras de argila.

AMOSTRAS	Rio	NATUREZA DO RESÍDUO
A	Pacoti	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético e óxido de ferro.
B		Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, óxido de ferro e calcário.
C	Choró	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético e óxido de ferro e grânulos rochosos.
D		Sílica livre, mica, matéria orgânica, óxido de ferro.
E	São Gonçalo	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, óxido de ferro e grânulos rochosos.
F		Sílica livre, mica, matéria orgânica e óxido de ferro.
G	Anil	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, óxido de ferro, calcário e grânulos rochosos.
H		Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético e óxido de ferro.
I	Ceará	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, calcário, óxido de ferro e grânulos rochosos.
J		Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, óxido de ferro e grânulos rochosos.
L	Baú	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético e óxido de ferro.
M		Sílica livre, mica, matéria orgânica, óxido de ferro, calcário e grânulos rochosos.
N	Choró	Sílica livre, mica, matéria orgânica, ferro magnético, óxido de ferro, calcário e grânulos rochosos.
O		Sílica livre, mica, matéria orgânica e óxido de ferro.