

# CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE MATERIAL ARGILOSO PROVENIENTE DO MUNICÍPIO DE SANTA BÁRBARA – PA

E. A. Hildebrando(1); T. Sheller(2); R. S. Angélica, (2); R. F. Neves(3)  
Folha 17, Quadra 04, Lote Especial, Nova Marabá, Marabá-PA  
CEP 68505-080 – [edemarino@ufpa.br](mailto:edemarino@ufpa.br)

<sup>1</sup>Faculdade de Engenharia de Materiais – Lab. de Materiais Cerâmicos - UFPA

<sup>2</sup>Faculdade de Geologia – Instituto de Geociências - UFPA

<sup>3</sup>Faculdade de Engenharia Química – Instituto de Tecnologia – UFPA

## RESUMO

*No presente trabalho, procurou-se identificar as fases mineralógicas existentes em um material com característica argilosa oriundo da localidade de Genipaúba, município de Santa Barbara no estado do Pará. A caracterização da amostra coletada foi realizada utilizando-se técnicas instrumentais como a difração de raios X (DRX), análise térmica diferencial (ATD), análise termogravimétrica (ATG) e Espectroscopia de Absorção no Infravermelho (IV). Os resultados dos ensaios indicam a presença de argilominerais do tipo caulinita e moscovita, assim como também, minerais como quartzo e anatásio na matéria-prima analisada.*

Palavras-chave: Caracterização Mineralógica, Argila, Cerâmica Vermelha

## INTRODUÇÃO

As argilas têm participado do desenvolvimento das civilizações desde praticamente o início da existência da humanidade. Uma argila é uma rocha constituída essencialmente ou exclusivamente por argilominerais, os quais compreendem vários grupos, que incluem diversas espécies mineralógicas <sup>(1,2)</sup>.

O problema da identificação dos argilominerais presentes numa argila é relativamente simples quando a amostra é pura, isto é, contém apenas um argilomineral. Misturas de argilominerais de vários grupos geralmente apresentam dificuldades, quer pela possibilidade de interferência nos diversos métodos de identificação, quer pelo fato de determinados argilominerais não serem detectáveis

abaixo de determinado teor na amostra, teor este que varia com o argilomineral e com o método de ensaio. Geralmente são utilizados como métodos de estudo a análise química, a determinação da capacidade da troca de cátions, a microscopia eletrônica, a análise térmica diferencial, a difração de raios X e a espectroscopia no infravermelho. No caso de argilominerais bastante puros, um único método pode ser suficiente para a identificação unívoca do argilomineral presente, por exemplo, a difração de raios X; no caso de mistura, o emprego de outros métodos é recomendável, pois cada um pode fornecer um dado, de cujo conjunto a composição mineralógica pode ser determinada com maior precisão <sup>(2)</sup>.

Neste trabalho, utilizamos alguns métodos instrumentais como a difração de raios X, a espectroscopia no infravermelho, a análise térmica diferencial e termogravimétrica, para identificar os componentes presentes em uma amostra de um material com característica argilosa.

## MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi procedente de depósitos de uma área de várzea, localizados a aproximadamente 55 km de Belém na localidade de Genipaúba, Município de Santa Bárbara-PA. Apresenta-se em seu estado natural, em torrões bem compactos de cor ligeiramente branca, com manchas amareladas; desagrega-se com facilidade por meios mecânicos. Atualmente não possui nenhuma utilização industrial.

Recebido o material, o mesmo foi submetido à secagem natural e em estufa a 110 °C. Em seguida, foi desagregado em moinho de disco e retirado uma amostra denominada “GENI” para ser submetida à caracterização pelos métodos seguintes:

### Difração de raios X

Para identificação dos minerais presentes na amostra GENI, objeto de pesquisa deste trabalho, foi utilizado um goniômetro PHILIPS PW 3020 com fenda de divergência automática e monocromador de grafite, tubo de raios X com anodo de cobre (radiação K-alfa com comprimento de onda de 1,5706Å) operando a 45 KV e 35 mA, com velocidade de varredura de 0,5° 2θ/min, 2θ variando de 5° a 65°, controlado por um sistema PHILIPS PW 3710, acoplado a microcomputador. Foi

empregado o método do pó, onde todo o material submetido a DRX, encontrava-se finamente dividido e seco em granulometria abaixo de 325# Tyler.

#### Análise térmica diferencial e termogravimétrica

Os termogramas do material utilizado neste trabalho, foram obtidos em um equipamento modelo PL Thermal Sciences com analisador térmico simultâneo STA 1000/1500 da Stanton Redcroft Ltda, com forno cilíndrico vertical, com conversor digital acoplado a um PC, trabalhando-se a análise na faixa de temperatura ambiente até 1100 °C, com uma taxa de aquecimento de 20 °C/min, utilizando-se cadinho de coríndon para uma quantidade de amostra em torno de 12 mg. Os dados da amostra analisada foram transformados em arquivo numérico do tipo XY (ascii) e tratados graficamente no software Exell

#### Espectroscopia de absorção no infravermelho

O equipamento utilizado é um espectrofotômetro Perkin-Elmer, modelo 1760 X FT-IR, acoplado a um microcomputador com registro de faixa espectral de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. Foi utilizado 0,8 mg de amostra, pulverizada e misturada com 200 mg de brometo de potássio (KBr) como dispersante, formando uma matriz homogênea. Com esta mistura confeccionou-se uma pequena pastilha em uma prensa aplicando-se uma pressão de 7 Toneladas, que em seguida foi submetida à análise. O gráfico obtido foi copiado e colado no software Word, onde em seguida fez-se o tratamento do mesmo.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Difração de raios X

De um modo geral, podemos identificar e classificar os minerais presentes na amostra GENI como a mesma sendo constituída, sobretudo pelo argilomineral caulinita (K) devido à presença de picos em 7,14 Å; 3,56 Å; 2,34 Å e pelo mineral quartzo (Q) caracterizado pelos picos em 3,34 Å; 4,25 Å e 2,45 Å; com a presença mais discreta de anatásio (A) com picos em 3,52 Å; 1,89 Å e 1,67 Å<sup>(3,4)</sup>, e possivelmente, outra espécie mineral pela presença de picos em 4,46 Å e 2,56 Å, porém não sendo possível sua identificação como mostra a Figura 4.1.

A caulinita parece ser do tipo “caulinita com desordem ao longo do eixo b” (mal cristalizada), o que se reflete particularmente na ausência do pico em 4,41 Å (característico) e pelo pico em 3,56 Å ocorrer com uma intensidade muito baixa, quase tendendo ao desaparecimento deste pico característico <sup>(4,5)</sup>. Esta conclusão é reforçada pelas análises seguintes efetuadas na amostra através de ATD e IV.

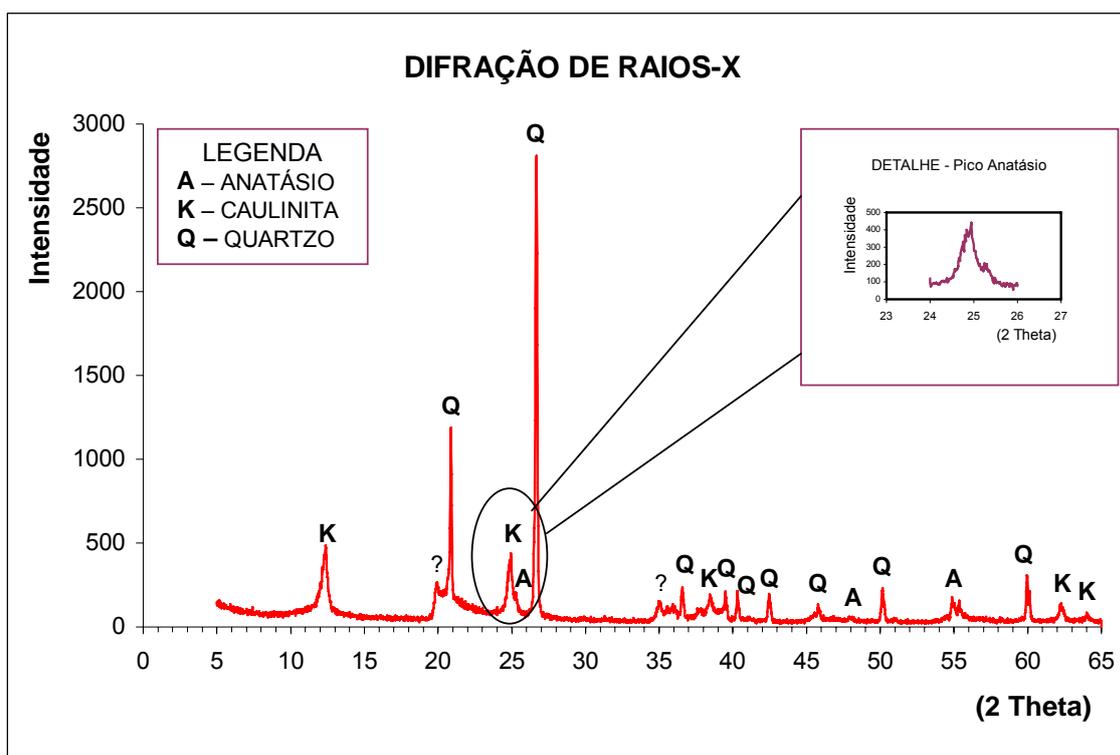


Figura 4.1 – Difratograma de Raios-X da amostra “GENI”

Como se pode perceber através do detalhe do difratograma da Figura 4.1, certos picos de algumas fases sobrepuseram-se uns aos outros, ou tiveram estes muito próximos; e ainda também, tivemos alguns picos aonde não foi possível a identificação.

Com a finalidade de se dirimir algumas dúvidas em relação à identificação dos picos e se obter uma melhor definição do difratograma optou-se por se calcinar a amostra. Para se efetuar os ensaios de calcinação tomamos como referência o argilomineral caulinita presente em boa parte da amostra analisada.

Segundo Souza Santos, a caulinita pode ser completamente desidroxilada a temperaturas na faixa de 450 a 600 °C, desde que se empregue um tempo razoável

de aquecimento. Portanto, para definir o tempo e a temperatura necessária para a calcinação da amostra tomou-se como base os estudos realizados pelo autor.

Para a calcinação utilizou-se um forno elétrico tipo mufla de resistência de Kantal permanecendo a amostra durante 1 h na temperatura de 650 °C. Depois de calcinada, a mesma (aqui denominada GENI-650) foi submetida à análise por difração de raios X. A Figura 4.2 apresenta o difratograma da amostra calcinada (GENI-650) comparado com o da amostra “*in natura*” (GENI), onde se podem observar principalmente a presença de dois novos picos que não apareciam no difratograma da Figura 4.1 e o desaparecimento de outros mais, como era de se esperar, relacionados a caulinita.

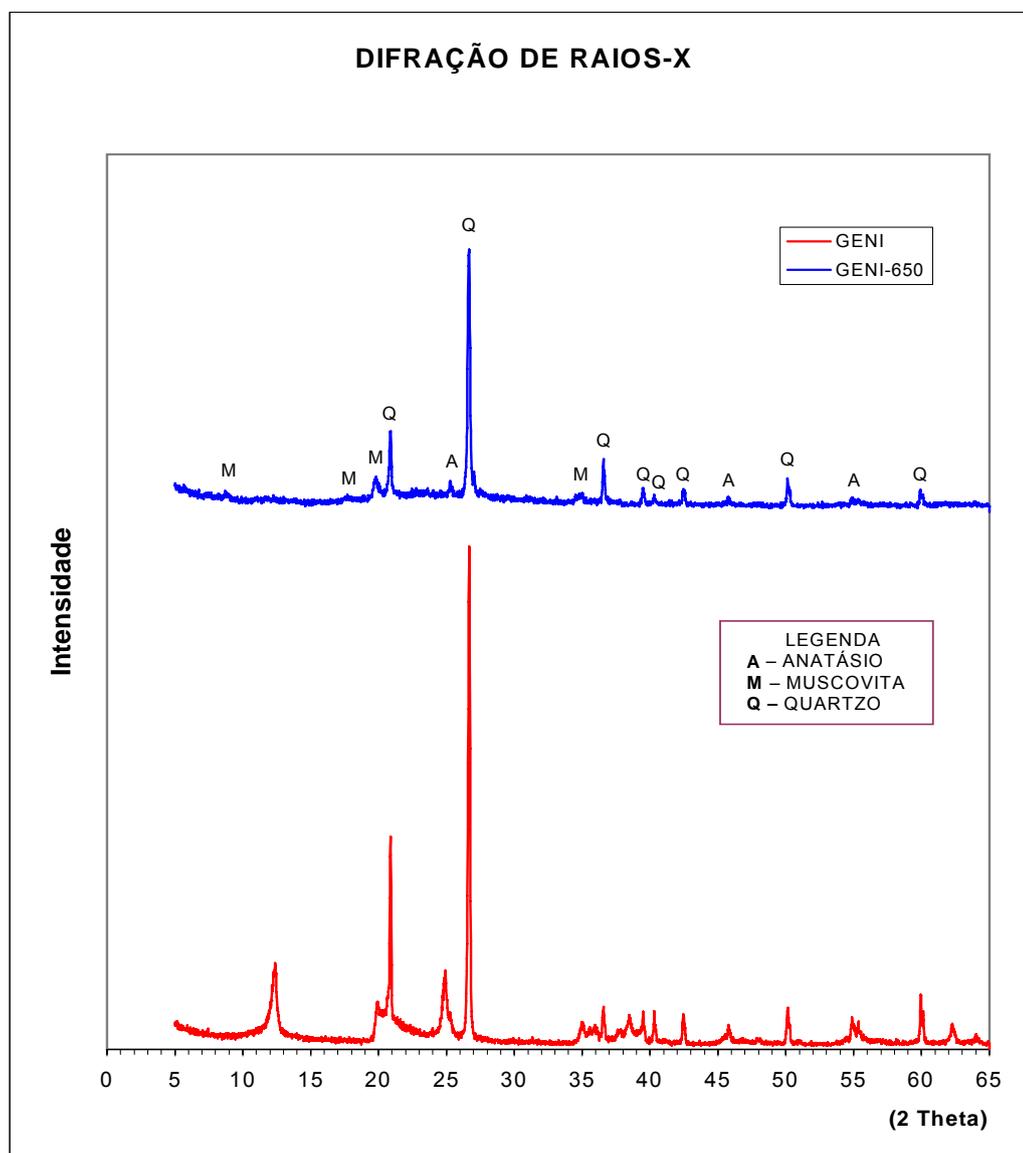


Figura 4.2 – Difratogramas de Raios-X da “GENI” e GENI-650

Os picos que permaneceram após a calcinação da amostra são característicos das espécies minerais quartzo (Q) e anatásio (A), e o outro mineral presente na amostra, revelado possivelmente pelo aumento da concentração após a calcinação é a Moscovita, devido à existência de picos em 10,12 Å; 5,02 Å; 4,46 Å e 2,56 Å <sup>(3)</sup>.

#### Análise térmica diferencial

A curva de análise térmica diferencial referente à amostra “GENI” apresentada na Figura 4.3, mostra a presença de dois picos endotérmicos: um a 130 °C, referente a perda de água de umidade, e um outro a 550 °C, que corresponde a perda de água por desidroxilação, muito característico do argilomineral caulinita. Observa-se também a presença de uma banda endotérmica na região de 200 °C – 320 °C, possivelmente podendo ser atribuída a presença de matéria orgânica na mesma. Logo após esses picos, observa-se um pico exotérmico de baixa intensidade próximo de 970 °C, caracterizando a nucleação de mulita ou a formação do espinélio alumínio-silício. A 950 °C, no caso de caulinita bem cristalizada, há um pequeno pico endotérmico antes do pico exotérmico cujo máximo ocorre em 975 °C; as caulinitas “mal cristalizadas” não apresentam este pequeno pico endotérmico <sup>(2,5,6)</sup>, que como se pode observar é o caso da amostra em questão, reforçando desta forma nossas conclusões tiradas quando da realização da DRX.

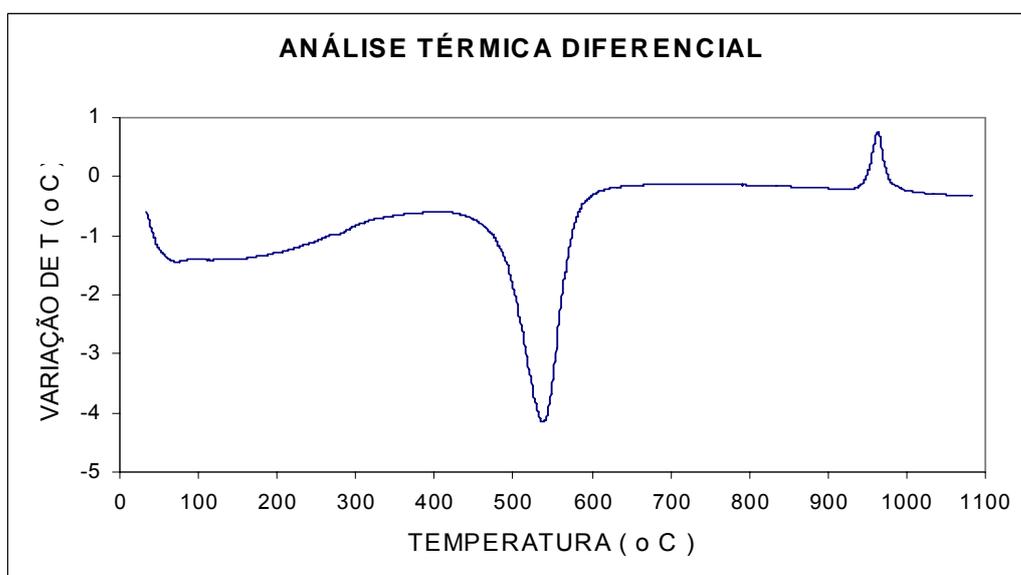
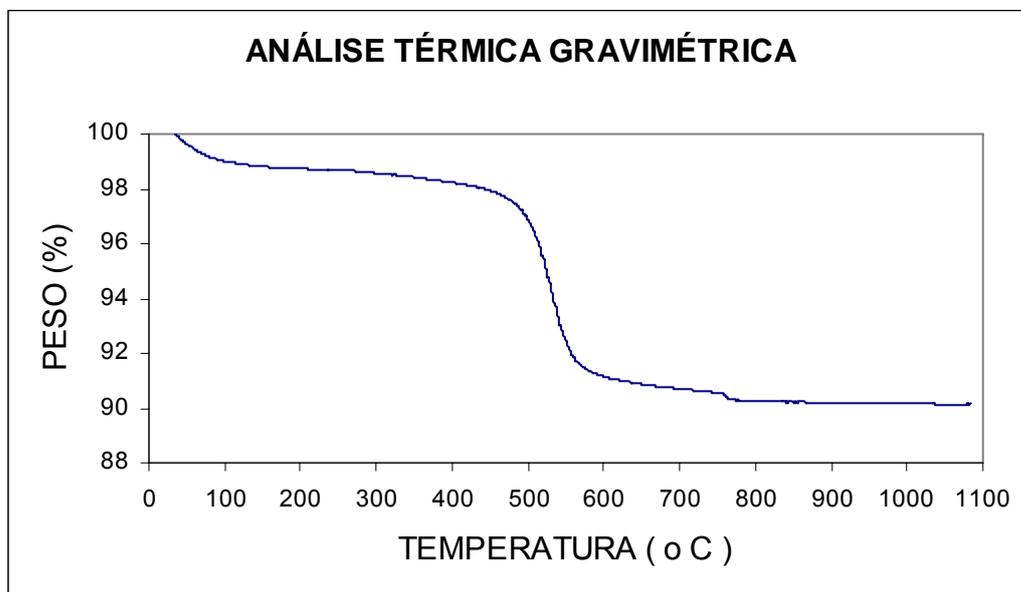


Figura 4.3 – Curva de ATD da amostra “GENI”

### Análise termogravimétrica

A figura 4.4 nos revela através da análise termogravimétrica as modificações de peso que ocorrem na amostra GENI em função da temperatura de calcinação.



**Figura 4.4 – Curva de ATG da amostra “GENI”**

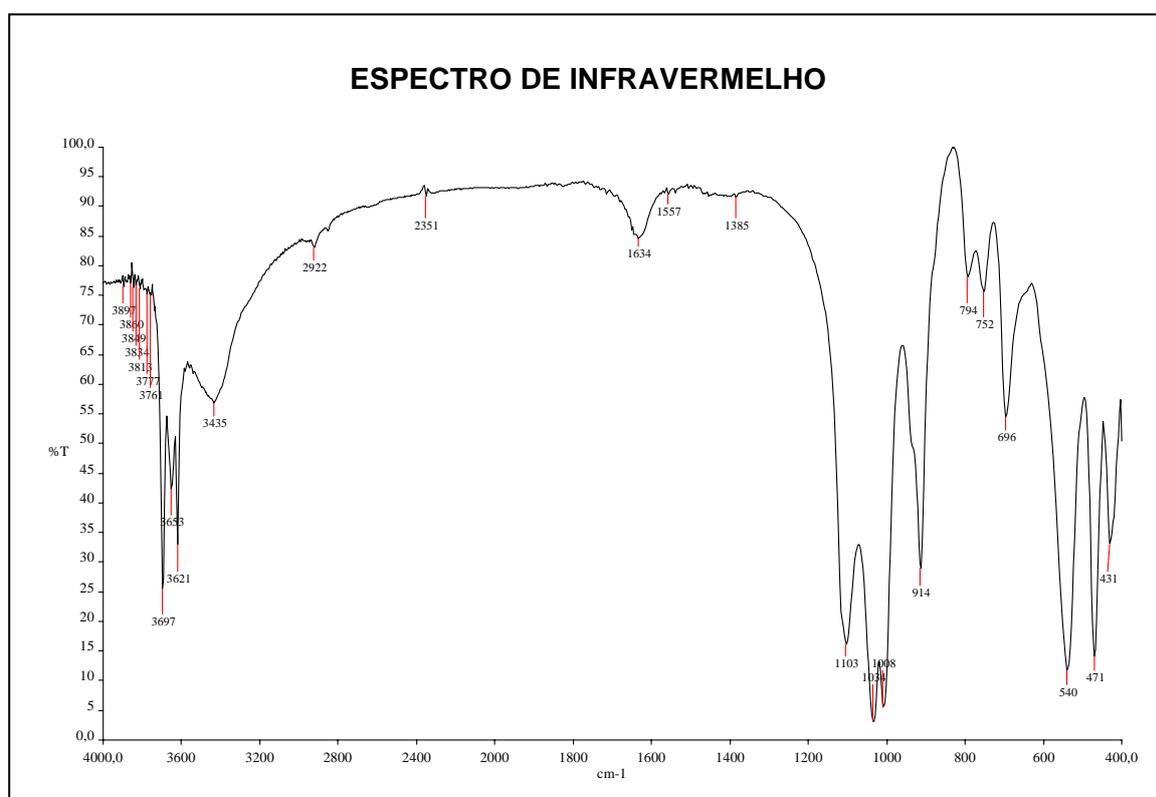
Nota-se primeiramente, que a perda de massa referente à mesma, ocorre praticamente em duas etapas. A primeira em torno de 100<sup>0</sup> C, atribuímos a perda de água superficial, ou seja, devido à perda de umidade, esta ficando em aproximadamente 2%. Na segunda etapa, a perda de massa se dá pela desidroxilação, onde a caulinita perde suas hidroxilas em torno de 550<sup>0</sup> C, ficando esta perda em aproximadamente 8%; perfazendo desta forma, uma perda de massa total da amostra em torno de 10%.

### Espectroscopia de absorção no infravermelho

A análise por espectrometria no infravermelho da amostra “GENI” ressaltou essencialmente a presença do argilomineral caulinita. No espectro da Figura 4.5 aparecem três bandas de estiramento do grupo OH em 3697, 3653 e 3621 cm<sup>-1</sup> característico deste argilomineral. O não aparecimento de uma banda em 3669 cm<sup>-1</sup> indica que a caulinita não é bem cristalizada, confirmando deste modo às observações elaboradas a partir das análises efetuadas através de DRX e ATD.

A banda de estiramento situada em  $3435\text{ cm}^{-1}$  e a banda de deformação em  $1634\text{ cm}^{-1}$ , confirmam a presença de água seja de cristalização seja de constituição, assim como a banda em  $2351\text{ cm}^{-1}$  indica a presença de  $\text{CO}_2$  na amostra.

Uma banda larga com vários desdobramentos, que se estende entre  $1103$  e  $1008\text{ cm}^{-1}$ , refere-se ao modo de deformação da ligação Si-O tanto da caulinita como do quartzo. Uma banda de deformação de amplitude média em  $914\text{ cm}^{-1}$  corresponde à ligação Al-O-H da caulinita, assim como também as bandas desdobradas entre  $794$  e  $796\text{ cm}^{-1}$  e outras intensas entre  $540$  e  $431\text{ cm}^{-1}$ , são atribuídas à ligação Si-O-Al deste argilomineral <sup>(6,7)</sup>.



**Figura 4.5 – Espectrometria de Infravermelho da amostra “GENI”**

## CONCLUSÕES

As técnicas instrumentais utilizadas mostraram grande utilidade na identificação de minerais em uma amostra desconhecida. A Difração de Raios X demonstrou ser, por si só, bastante eficiente, porém as demais técnicas utilizadas contribuíram para uma melhor análise na identificação dos minerais presentes no material proposto, pois, a informação obtida por uma técnica, geralmente é

complementada por outra. Os resultados dos ensaios indicam a presença de argilominerais do tipo caulinita e moscovita, assim como também, minerais como quartzo e anatásio na matéria-prima analisada.

## REFERÊNCIAS

- 1- VALENZUELA DÍAZ, F. R.; SOUZA SANTOS, P.; SOUZA SANTOS, H. Argilas Industriais Brasileiras. *Química Industrial*, n.42, p.33-37, 1992.
- 2- SOUZA SANTOS, P. *Ciência e tecnologia de argilas*. 2ª ed. Ver. São Paulo: Edgard Blucher, 1989. V.1.
- 3- THOREZ, J. *Phyllosilicates and clay minerals: a handbook for their x-ray diffraction analysis*. Dison, Belgium: Editions G. Lelotte, 1975.
- 4- BRINDLEY, G. W. *X-Ray and Crystal Structure of Clay Minerals*. London: Mineral Soc., 1951.
- 5- GRIM, R. E. *Clay mineralogy*. New York: McGraw-Hill, 1968.
- 6- GOMES, C. F. *Argilas: O que são e para que servem*. Lisboa: Fundação Calouste – Gulbenkian, 1986.
- 7- VAN DER MAREL, H. W.; BENTELSPACHER, H. *Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay Minerals and their Admixtures*. New York- Oxford: Elsevier Scientific publish Company – Amsterdan, 1976.

## MINERALOGICAL CHARACTERIZATION OF ARGILLACEOUS MATERIAL FROM SANTA BÁRBARA – PARÁ

### ABSTRACT

In the present work were investigated mineralogical phases in a material with argillaceous characteristic of the region of Genipaúba, Santa Barbara, State of Pará. Characterization of the collected sample was performed by X-ray diffraction (XRD), differential thermal analysis (DTA), thermogravimetric analysis (TG) and infrared spectroscopy (IR). The results of the assays indicate the presence of the clay minerals like kaolinite and muscovite, as well as minerals as quartz and anatase.

Key-words: Mineralogical characterization, Clay, Red Ceramics