



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DOS MATERIAIS

ALEXANDRE JOSÉ DE ALMEIDA GAMA

AVALIAÇÃO DA CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, QUÍMICA E MINERALÓGICA DE
DEPÓSITOS DE ARGILAS ESMECTÍTICAS DO ESTADO DA PARAÍBA UTILIZANDO
ANÁLISE ESTATÍSTICA DE VARIÂNCIA

CAMPINA GRANDE - PB

AGOSTO / 2015

ALEXANDRE JOSÉ DE ALMEIDA GAMA

AVALIAÇÃO DA CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, QUÍMICA E MINERALÓGICA DE
DEPÓSITOS DE ARGILAS ESMECTÍTICAS DO ESTADO DA PARAÍBA UTILIZANDO
ANÁLISE ESTATÍSTICA DE VARIÂNCIA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

Co-Orientador: Prof. Dr. André Luiz Fiquene de Brito

CAMPINA GRANDE – PB
AGOSTO / 2015

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

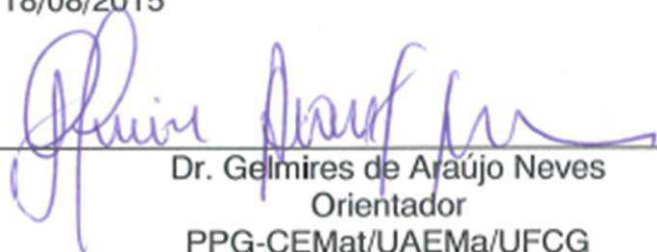
- G184a Gama, Alexandre José de Almeida.
Avaliação da caracterização física, química e mineralógica de depósitos de argilas esmectíticas do estado da Paraíba utilizando análise estatística de variância / Alexandre José de Almeida Gama.
– Campina Grande, 2015.
75f.
- Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais)
– Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2015.
- "Orientação: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves, Prof. Dr. André Luiz Fiquene de Brito".
Referências.
1. Caracterização. 2. Análise de Variância. 3. Teste de Tukey. I. Neves, Gelmires de Araújo. II. Brito, André Luiz Fiquene de Brito. III. Título.
- CDU 679.861(043)

ALEXANDRE JOSE DE ALMEIDA GAMA

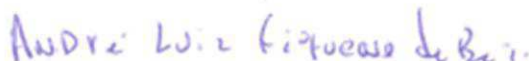
AVALIAÇÃO DA CARACTERIZAÇÃO FÍSICA, QUÍMICA E MINERALÓGICA DE
DEPÓSITOS DE ARGILAS ESMECTITICAS DO ESTADO DA PARAÍBA
UTILIZANDO ANÁLISE ESTATÍSTICA DE VARIÂNCIA

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais como requisito
parcial à obtenção do título de **Mestre
em Ciência e Engenharia de
Materiais.**

Aprovado em: 18/08/2015



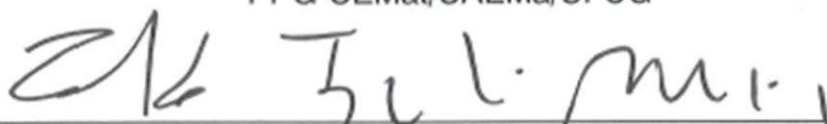
Dr. Gelmires de Araújo Neves
Orientador
PPG-CEMat/UAEMA/UFCG




Dr. André Luiz Fiquene de Brito
Orientador Externo
UAEQ/UFCG



Dr.^a Lisiane Navarro de Lima Santana
Examinadora Interna
PPG-CEMat/UAEMA/UFCG



Dr. Eduardo Jorge Lira Bonates
Examinador Externo
UAEMG



Dr. Romildo Pereira Brito
Examinador Externo
UAEQ/UFCG

CURRICULUM VITAE

- ⇒ Engenheiro Elétricista, opção eletrotécnica, pela Universidade Federal da Paraíba (1980);
- ⇒ Professor do quadro permanente da UFPB/UFCG, lotado no Departamento de Física do CCT, a partir de 1982 até os dias atuais;
- ⇒ Especialização em Processamento de Energia pela Universidade Federal da Paraíba (1983);
- ⇒ Especialização em Qualidade e Produtividade pela Universidade Federal da Paraíba (1996);
- ⇒ Chefe do Departamento de Física do Centro de Ciências e Tecnologia UFPB/UFCG. Período: maio de 1991 a agosto de 1995;
- ⇒ Coordenador do Curso de bacharelado em Física do Centro de Ciências e Tecnologia UFPB/UFCG. Período: dezembro de 1996 a abril de 1997;
- ⇒ Coordenador Setorial de Graduação da Pró-Reitoria para Assuntos do Interior da UFPB, período: abril de 1997 a abril de 2001.
- ⇒ Pró-Reitor da Pró-Reitoria para Assuntos do Interior da UFPB, período: abril de 2001 a junho de 2002.
- ⇒ Pró-Reitor da Pró-Reitoria de Administração da UFCG, período: junho de 2002 a setembro de 2014.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a Maria Angela,
Ana Luísa, Gabriela, Pedro e Cecília.

AGRADECIMENTO

“Eu não perdi o controle da tua vida, esta tudo no Meu tempo. Não há nada atrasado. Aquietai-vos e sabeí que Eu sou Deus”. (Salmo, 46:10)

- ⇒ Agradeço a todos quanto, de quantas maneiras possíveis contribuíram para a elaboração deste trabalho, e realização de um sonho.
- ⇒ Agradeço aos professores: Dr. Dalton Serey, Dr. Franklin Ramalho, João Brunet e Jorge Figueiredo, pelo apoio logístico, amizade, fraternidade e incentivo quando da realização desse trabalho.
- ⇒ Agradeço aos docentes do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, pela contribuição que deram a minha formação acadêmica e docente, bem como na elaboração deste trabalho.
- ⇒ Agradeço ao Prof. Dr. Romualdo R. Menezes e ao servidor José André da Costa, Coordenador e Secretário do PPG-CEMat/UAEM/UFCG, respectivamente, pela afabilidade e presteza no encaminhamento das demandas enviadas à coordenação do programa.
- ⇒ Agradeço aos professores: Dr.^a Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa, Dr. Eduardo Jorge Lira Bonates, Dr.^a Lisiane Navarro de Lima Santana, Dr. Marcos José de Almeida Gama, Ms. Paulo de Melo Bastos e Dr. Romildo Pereira Brito; pelo incentivo e contribuições oferecidas ao trabalho.
- ⇒ Agradeço a Doutoranda Gabriela Lopes Gama, minha filha, pelo apoio, companheirismo, incentivo, colaboração e partilha diária das dificuldades atinentes à realização deste trabalho.
- ⇒ Agradeço de forma especial, carinhosa e respeitosa ao Orientador e ao Co-Orientador, Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves e Prof. Dr. André Luiz Fiquene de Brito, respectivamente, pela parceria, companheirismo, compreensão, colaboração e orientação na elaboração deste trabalho. SEM ELES NADA TERIA SIDO POSSÍVEL.

RESUMO

Atualmente mais de 80% das argilas bentoníticas beneficiadas no Brasil na forma sódica para uso em diversas aplicações industriais são provenientes dos depósitos do município de Boa Vista - PB. Estes jazimentos, que vem sendo lavrados há mais de 50 anos, encontram-se atualmente na fase de exaustão principalmente as argilas de variedades mais nobres, resultando em um sério prejuízo para qualidade do produto final. Recentemente, foram descobertos novos jazimentos situados nos municípios de Cubati, Pedra Lavrada, Sossego, Olivedos, na Paraíba, havendo necessidade de realizar estudo sistemáticos visando desenvolver toda sua potencialidade industrial. Assim sendo, este trabalho teve como objetivo o tratamento de dados obtidos por análise química e análise granulométrica. A caracterização física, química e mineralógica foi realizada através das seguintes técnicas: granulometria por difração a laser (GL), composição química por fluorescência de raios X (EDX) e difração de raios X (DRX). Em seguida foram realizadas análises de variância e teste de Tukey, usando software estatístico MINITAB® 17.0. Os resultados evidenciaram que a composição química das argilas bentoníticas dos novos depósitos apresentaram valores similares e diferentes em relação à do município de Boa Vista. Em analogia aos dados da literatura, as argilas estudadas apresentaram valores inferiores às importadas. Os resultados da análise de variância e teste de Tukey mostraram que os teores de óxido de sílica, de alumínio, de magnésio e de cálcio são significativamente diferentes ao nível de 95% de confiança. Os resultados mostraram que os locais de origem influenciaram na composição química das argilas.

Palavras-Chaves: Caracterização. Análise de Variância. Teste de Tukey.

ABSTRACT

The most part of industrialized bentonite clay produced in Brazil comes from Boa Vista - PB. However, the bentonite deposit is in the exhaustion phase because it has been mined over 50 years, which results in a low quality product. Recently, three new deposits have been discovered. These deposits are located in the following cities: Cubati, Pedra Lavrada, Sossego and Olivedos, in the state of Paraíba. Thus it needs a systematic study to develop all its industrial potential. Therefore, this study aims to evaluate the chemical and mineralogical composition, as well as particle size distribution and average diameter. From these deposits of smectite clays by statistical analysis. The physical, chemical and mineralogical characterization was performed using. Particle size by laser diffraction (GL), X-ray diffraction (XRD) and chemical composition by X-ray fluorescence (EDX) techniques. Then analyzes were carried out applying statistics analysis of variance and Tukey test using the software named MINITAB 17.0. The results showed that the chemical composition of bentonite clay of the new deposits which similar and different values in relation to the city of Boa Vista. When the data was analysed the results showed lower values compared with the imported clays. The results of the analysis of variance and Tukey test showed that the silica, aluminum, magnesium and calcium are significantly different at 95% level. Finally, the local has influence on the quality of the mineralogical clays.

PUBLICAÇÃO

Artigo Publicação

- A. J. A. Gama; R. R. Menezes; G. A. Neves; A. L. F. de Brito. Avaliação da Caracterização Mineralógica de diversos Depósito de Argilas Esmeclíticas do Estado da Paraíba, utilizando Análise Estatística de Variância. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 10, n. 1 (2015) 45-49.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	47
Figura 2. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	49
Figura 3. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	50
Figura 4. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	51
Figura 5. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	52
Figura 6. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	58
Figura 7. Comparação dos Valores Médios Argila % ($x < 2\mu\text{m}$).....	59
Figura 8. Comparação dos Valores Médios - Silte %.....	59
Figura 9. Comparação dos Valores Médios - Areia %	60
Figura 10. Comparação dos Valores Médios / Diâmetro Médio	58
Figura 11. Distribuição Granulométrica ($x < 2\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	65
Figura 12. Distribuição Granulométrica ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)	66
Figura 13. Distribuição Granulométrica ($x > 20\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	67
Figura 14. Distribuição Granulométrica (Diâmetro Médio): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$).....	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Resultado da Análise de Variância	32
Tabela 2. Teor do Dióxido de Silício - (SiO ₂).....	35
Tabela 3. Teor de Óxido de Alumínio - (Al ₂ O ₃)	36
Tabela 4. Teor de Óxido de Ferro - (Fe ₂ O ₃)	37
Tabela 5. Teor de Óxido de Magnésio - (MgO).....	38
Tabela 6. Teor de Óxido de Cálcio - (CaO)	39
Tabela 7. Teor de outros Óxido	40
Tabela 8. DRX das argilas esmectíticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.....	41
Tabela 9. Análise de Variância - Dióxido de Silício	42
Tabela 10. Análise de Variância - Óxido de Alumínio	42
Tabela 11. Análise de Variância - Óxido de Ferro	43
Tabela 12. Análise de Variância - Óxido de Magnésio.....	44
Tabela 13. Análise de Variância - Óxido de Cálcio	45
Tabela 14. Análise de Variância - Outros Óxidos	46
Tabela 15. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (SiO ₂).....	47
Tabela 16. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (Al ₂ O ₃).....	48
Tabela 17. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (Fe ₂ O ₃).....	49
Tabela 18. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (MgO).....	50
Tabela 19. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (CaO).....	51
Tabela 20. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (outros óxidos).....	52
Tabela 21. Distribuição Granulométrica Fração Argila	55
Tabela 22. Distribuição Granulométrica da Fração Silte	56
Tabela 23. Distribuição Granulométrica - Areia %	57
Tabela 24. Distribuição Granulométrica - Diâmetro Médio.....	57
Tabela 25. Análise de Variância para Argila % (x < 2µm)	62

Tabela 26. Análise de Variância para Silte % ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	63
Tabela 27. Análise de Variância para Areia% ($x > 20\mu\text{m}$)	63
Tabela 28. Análise de Variância para o Diâmetro Médio	64
Tabela 29. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($x < 2\mu\text{m}$)	65
Tabela 30. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$).....	66
Tabela 31. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($x > 20\mu\text{m}$)	67
Tabela 32. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica - Diâmetro Médio.....	68

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas
AG - Análise Granulométrica por Difração de Laser
Al₂O₃ - Óxido de Alumínio
ANOVA - Análise de Variância
API – American Petroleum Institute
BUN - Bentonit União Nordeste S.A.
CaO - Óxido de Cálcio
CMC - Aditivo Carboximetilcelulose
d.m.s - Diferença Mínima Significativa
DNPM - Departamento Nacional de Produção Mineral
DOE - Design of Experiments
DRX - Difração de Raios X
EDX - Análise Química por Fluorescência de Raios X
Fe₂O₃ - Óxido de Ferro;
GL - Graus de Liberdade
H₀ - Hipótese Nula
H_a - Hipótese Alternativa
MgO - Óxido de Magnésio
PB - Paraíba
PAM - aditivo poliacrilamida
pH - Potencial Hidrogênico
q - Nível de Significância Estabelecida
QM - Média Quadrática
QMR - Quadrado Médio do Resíduo
QMTrat - Quadrado Médio dos Tratamentos
r - Número de Repetições de cada Tratamento
R - Coeficiente de Correlação
SiO₂ - Dióxido de Silício
SQ - Soma Quadrática
V_r - Variável Resposta.
 σ^2 - Variância

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	17
1.1. Introdução	17
1.2. Objetivos.....	19
CAPÍTULO 2	20
2.0. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1. Argilas Bentoníticas	20
2.2. Planejamento Experimental	26
CAPÍTULO 3	29
3.0. MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
3.1. Materiais.....	29
3.2. Metodologia	29
3.2.1. Ensaio de Caracterização	29
3.2.2. Planejamento Experimental	31
3.2.3. Análise Estatística	32
Tabela 1. Resultado da Análise de Variância	32
CAPÍTULO 4	35
4.0. RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
4.1. Composição Química das Argilas Bentoníticas	35
4.1.1. Análise de Variância - ANOVA	41
4.1.2. Teste de Tukey.....	47
4.2. Distribuição Granulométrica e Diâmetro Médio	54
4.2.1. Análise Granulométrica dos Valores Médios	58
4.2.2. Análise de Variância - ANOVA	61
4.2.3. Teste de Tukey.....	65
CAPÍTULO 5	69

5.0. CONCLUSÕES 69

CAPÍTULO 6 70

6.0. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... 70

REFERENCIAS 71

--	--	--

--	--	--

--	--	--

CAPÍTULO 1

1.1. Introdução

O termo bentonita foi inicialmente aplicado às argilas plásticas encontradas na região de Fort Benton em Wyoming (EUA), com propriedades específicas e peculiares de aumentar várias vezes o seu volume inicial, se umedecida com água e formar géis tixotrópico em meios aquosos, em concentrações muito baixas, em torno de 2%. Tecnicamente, as argilas esmectíticas são geralmente denominadas de bentonitas (SOUZA SANTOS, 1992).

Atualmente, pode-se definir bentonita como sendo uma argila constituída essencialmente por um ou mais argilominerais do grupo esmectíticas, especialmente montmorilonita, não importando qual seja a sua origem geológica (SILVA et al., 2008).

As argilas bentoníticas do Estado da Paraíba são de formação geológica sedimentar, formada pela desvitrificação e subsequente alteração química de tufos ou cinzas vulcânicas, plástica e coloidal, constituída essencialmente pelo argilomineral montmorilonita pertencente ao grupo das esmectitas.

Essas argilas são constituídas por lamelas formadas por uma folha octaédrica de alumina (Al_2O_3) entre duas folhas tetraédricas de sílica (SiO_2), nas posições octaédricas os cátions podem ser Al^{3+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , e na camada tetraédrica pode ocorrer substituições isomórficas de Si^{4+} por Al^{3+} . As bentonitas apresentam amplo uso industrial, sendo utilizadas, em pelletização de minério de ferro, ligantes de areias em moldes para fundição, na descoloração de óleos, dessecantes, impermeabilizante de barragens, em fluidos ou lamas de perfuração (SOUZA SANTOS, 1992; SILVA e FERREIRA, 2008; PEREIRA et al., 2014).

As argilas esmectíticas têm ocupado espaços importantes em vários e distintos segmentos industriais onde seu uso e diversidade de aplicações vem aumentando de modo significativo (ZANINI et al., 2007 e 2008).

Os depósitos de argilas bentonitas no Brasil encontram-se nos Estados de São Paulo, Bahia, Piauí e Paraíba, sendo este último responsável por 86% das argilas bentoníticas industrializadas na forma sódica para uso em diversas aplicações, com destaque para pelletização de minério de ferro, fluidos de perfuração, tintas, cosméticos, fundição, clarificação de óleo.

Os maiores depósitos do Estado da Paraíba são provenientes do Município de Boa Vista, que atualmente encontra-se em fase de exaustão devido à exploração desordenada há mais de 50 anos, resultando no esgotamento das variedades mais nobres, havendo um sério

prejuízo para qualidade do produto final. Outros novos depósitos foram descobertos nos Municípios de Cubati , Pedra Lavrada, Sossego, sendo o mais recente no Município de Olivedos, fato este que pode representar uma interessante alternativa tecnológica à futura escassez das argilas bentoníticas no Estado, ampliação da produção mineral na região e consolidação do estado como o maior produtor do país (AMORIM, 2006; MENEZES et al., 2010; SILVA et al., 2013; FERREIRA, 2013; PEREIRA et al., 2014).

Estudos recentes realizados por Menezes et al., 2009; Silva et al., 2013; Figueiredo et al., 2014; Pereira et al, 2014; e, Cardoso et al, 2014, evidenciaram que argilas bentoníticas dos novos depósitos do Estado da Paraíba apresentaram em sua constituição elevadas quantidades de quartzo, caulinita, mica e carbonatos, o que possibilitou aos pesquisadores concluir, que a presença desses minerais acessórios compromete em muito sua aplicação industrial, principalmente em uso mais nobre.

Para tentar eliminar esse problema, foram iniciados estudos de identificação mineralógica desses novos depósitos, como também dos depósitos já existentes e que estão na fase de exaustão com destaque para os trabalhos de FERREIRA et al., (2013), PEREIRA et al., (2014).

1.2. Objetivos

Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo utilizar a análise de variância (ANOVA) para tratar dados obtidos a partir de caracterizações química e física de diversos depósitos de argilas esmectíticas, existente em regiões do Estado da Paraíba.

Objetivos Específicos

- Caracterizar física, química e mineralógicamente as argilas esmectíticas de regiões do Estado da Paraíba;
- Correlacionar às caracterizações utilizando análise estatística de variância e teste de Tukey;
- Comparar os resultados com os dados da literatura;

CAPÍTULO 2

2.0. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Argilas Bentoníticas

Os maiores depósitos de argilas bentoníticas do mundo estão concentrados nos EUA, sendo que, o Brasil se destaca entre os dez principais produtores mundiais, explorando depósitos relativamente pequenos, sendo os mais importantes localizados no Nordeste, no Estado da Paraíba, Município de Boa Vista, representando cerca de 80% da produção nacional.

As argilas bentoníticas do Estado da Paraíba foram descobertas no início da década de 60 e logo depois teve início o processo de industrialização e o Brasil passou, pouco a pouco, a produzir bentonitas nas formas sódica e cálcica, atendendo assim as exigências do mercado interno (DNPM, 2009).

Segundo um levantamento dos últimos dados divulgados pelo Departamento Nacional de Produção Mineral referente a 2012, a produção de bentonita bruta no Brasil em 2011 teve um aumento de 6,5% em relação a 2010, alcançando um nível de produção de 566.267 ton. A quantidade de argila bruta teve a seguinte distribuição geográfica: Paraíba (80,21%), Bahia (15,37%), São Paulo (4,17%) e Paraná (0,25%) (DNPM, 2012; FIGUEIREDO, 2014).

No Brasil, a Bentonit União Nordeste S.A. (BUN) é a única empresa produtora de bentonita sódica credenciada pela Petrobras, representando 88,8% da produção nacional de bentonita beneficiada. A produção restante é constituída por argila moída seca, estando os produtores concentrados no estado de São Paulo, no Município de Taubaté, representado pelas empresas Argos Extração e Beneficiamento de Minerais Ltda (4,8%), Aligra Indústria e Comércio de Argila Ltda (2,5%) e, no Município de Tremembé pela empresa Sociedade Extrativa Santa Fé Ltda (3,9%) (DNPM, 2012).

As argilas bentoníticas podem ser definidas como argilas constituídas essencialmente de argilominerais do grupo esmectítica, especialmente a montmorilonita. Os fatores que controlam as propriedades das argilas esmectíticas são: a composição mineralógica dos argilominerais e não-argilominerais existentes, suas respectivas distribuições granulométricas, teor de eletrólitos, cátions trocáveis, sais solúveis, natureza e teor de componentes orgânicos e

características texturais da argila (AMORIM et al., 2004 e 2006; SOUZA SANTOS, 1992; ANDERSON et al., 2010; KARAGUZEL et al., 2010).

Em relação ao uso tecnológico, as argilas esmectíticas são geralmente denominadas bentonitas. As argilas bentoníticas receberam essa denominação devido à sua localização, como primeiro depósito comercial de uma argila plástica, encontrada em Fort Benton, no estado de Wyoming, EUA. Em 1897, o geólogo Knight reportou que desde 1888 William Taylor comercializava uma argila com a propriedade específica e peculiar de aumentar várias vezes o seu volume inicial na presença de água e formar géis tixotrópicos em meios aquosos em concentrações muito baixas em torno de 2%. Para esta argila foi proposta a denominação de “taylorite”, sugerindo-se em seguida "bentonita", uma vez que a primeira denominação já era utilizada (SOUZA SANTOS, 1992; FIGUEIREDO et al., 2014).

Vária pesquisa com argilas bentoníticas visando novas aplicações industriais tem se destacados no campo da engenharia, tanto em nível nacional como internacional.

As propriedades reológicas das bentonitas de Franca - SP, foram analisadas por Hanna et al., (2006), com a adição de polieletrólitos. Os resultados evidenciaram que os valores de inchamento das bentonitas nessa região foram considerados de médio a alto, porém eles concluíram que as amostras ensaiadas não atenderam às especificações da Petrobras para viscosidade aparente de fluidos tixotrópicos usados na perfuração de poços de petróleo.

Tehani (2007), desenvolveu um fluido de perfuração base água para aplicação em alta pressão e alta temperatura, estudando diferentes concentrações de aditivos em propriedades de reologia, perda de filtrado, densidade, inibição de argilas e lubrificação. Este estudo concluiu que o fluido de perfuração desenvolvido tem aplicação em temperaturas acima de 180 °C. O fluido apresentou também boa propriedade de inibição e de lubrificação.

A purificação de uma argila bentonítica com base na lei de Stokes, foi estudada por Zanini et al., (2007). A purificação foi avaliada através de tamanho de partículas e difração de Raios X. Os resultados obtidos evidenciaram que o método utilizado permitiu a separações por tamanho de partícula com elevada precisão. Esta seleção poderá aumentar o emprego destas argilas, especialmente em relação ao seu desempenho como nano sistema e catalisador.

Lira et al., (2008), utilizaram bentonita sódica purificada e bentonita sódica intercalada com colina como promotor de dissolução, a fim de analisar a dissolução deste fármaco pouco solúvel em água em condições que possibilitem o escalonamento industrial. Os resultados evidenciaram o poder de desintegração da bentonita e a possível interação molecular entre o fármaco e a bentonita.

O desenvolvimento de compostos bentonita/polímeros para uso em fluidos de perfuração à base de água, foram estudado por Amorim et al., (2008). Os aditivos utilizados foram o carboximetil celulose (CMC) e poliacrilamida (PAM). Os resultados permitiram concluir, que a adição da bentonita com o composto polimérico apresentou melhoria nas propriedades reológicas e de filtração.

O comportamento reológico de argilas bentoníticas policatiônicas provenientes do Município de Cubati - PB, foi estudado por Menezes et al., (2009). Os resultados mostraram que cada tipo de argila apresenta um teor ótimo de carbonato de sódio e que as dispersões argila-água possuem um comportamento pseudoplástico e tixotrópico. As amostras apresentaram potencial para utilização como agentes viscosificantes para fluidos de perfuração.

Farias et al., (2009), desenvolveram formulações de fluidos aquosos contendo aditivos anti-espumante, viscosificante, redutor de filtrado, controlador de pH, inibidores de argilas expansivas, bactericida, lubrificante e selante, para aplicação em perfuração de poços de petróleo e avaliar seu comportamento reológico, de filtração e de lubricidade. Para isso, foram estudadas vinte formulações de fluidos, sendo o seu desempenho avaliado por meio do comportamento reológico (curvas de fluxo, viscosidades aparente e plástica, limite de escoamento e força gel), de filtração API (volume de filtrado e espessura do reboco) e de lubricidade (coeficiente de lubricidade). Os resultados foram comparados aos obtidos com um fluido utilizado por uma empresa multinacional definido como fluido padrão, concluindo-se que dentre as formulações desenvolvidas, oito apresentaram desempenho próximo ao fluido padrão.

O efeito de carboximetil celulose (CMC), sobre as propriedades reológicas dos dois tipos diferentes de fluidos de perfuração à base de água, foi estudado por Kok e Iscan, (2009). Foi analisado algumas condições para os fluidos de perfuração, obstrução dos poros e desenvolvimento de correlações empíricas para os critérios de entupimento. Observou-se que os fluidos perderam um pouco de sua fluidez com o aumento da concentração de CMC, mas a taxa de redução é demasiado baixo para detectar após 1 grama de CMC. Experimentalmente, observou-se que um grama CMC/350 ml de suspensão de fluido de perfuração é suficientemente adequado para a eficiência reológico.

Martins, (2009), estudou em escala piloto o uso de um hidrociclone para a purificação de argilas natural como alternativa eficiente e de custo acessível. Neste trabalho foi utilizado o hidrociclone modelo RWK 42L da Netzsch AKW, com dispersões em concentração de 4% de argilas bentoníticas do Município de Boa Vista - PB. Os resultados

evidenciaram que o sistema de purificação pelo hidrociclone se mostrou eficaz para retirada das frações grosseiras, principalmente superiores à faixa limite de separação do equipamento que é de 5 μ m.

Karaguzel et al., (2010), desenvolveram uma alternativa à bentonita sódica para satisfazer as propriedades requeridas da lama de perfuração. A ativação da bentonita foi realizada utilizando (Na_2CO_3) e também o aditivo (MgO) e suas misturas. Os resultados mostraram que a combinação de sódio com óxido de magnésio produziu um melhoramento significativo nas propriedades dos fluidos produzidos. Além da sua aplicabilidade na perfuração de poços, as amostras obtidas durante o estudo podem ser utilizadas como espessante ou modificador de viscosidade na indústria de tintas, devido à sua viscosidade e as características de inchamento.

O desenvolvimento de fluidos aquosos com baixo teor de sólidos e propriedades reológicas, de filtração e lubricidade adequadas à perfuração de poços de petróleo onshore, foi estudado por Nascimento et al., (2010). Os resultados evidenciam que os fluidos estudados apresentaram comportamento reológico como sendo pseudoplástico, e que os aditivos selecionados desempenharam com êxito suas funções de modificadores da reologia, redutores de filtrado e agente lubrificante.

A preparação de argilas organofílicas com o sal quaternário de amônio em diferentes concentrações, visando sua utilização como adsorvente no processo de separação óleo/água, foi avaliado por Silva et al., (2011), que concluíram que as argilas organofílicas apresentam capacidade de adsorção nos solventes orgânicos testados, evidenciando as características organofílicas.

Karimi e Salem (2011), estudaram uma bentonita ativada com carbonato de sódio em diferentes concentrações, investigando os efeitos da concentração de carbonato de sódio, a distribuição de tamanho de partícula, o tempo de ativação e a temperatura sobre a área superficial específica, concluindo que estes são fatores que interferem na energia de ativação.

Estudos de Abdou e El-Sayed Ahmed (2011), evidenciaram que o controle da distribuição, da concentração e tamanho de partícula na lama é crítico no desenvolvimento de um sistema que produza uma boa estabilidade. Esta pesquisa concluiu que a tixotropia da bentonita muda ligeiramente com o aumento da concentração de partículas para todos os tamanhos utilizados na pesquisa. A viscosidade aparente da bentonita aumenta com a ampliação da concentração de partículas para todos os tamanhos, e também há o acréscimo relativo da viscosidade plástica da bentonita com o aumento da concentração de todos os tamanhos de partícula.

O comportamento reológico de três tipos de bentonitas com diferentes relações de $\text{Na}^+/\text{Ca}^{2+}$, foi investigado por Abu-Jdayil et al. (2011). Os resultados evidenciaram que as dispersões de bentonita estudadas apresentaram comportamento newtoniano, plástico de Bingham, dependendo da concentração de sólidos e do tipo de bentonita. Em relação a tixotropia, todas as dispersões de bentonita sódica apresentaram um maior grau de tixotropia, comparativamente às cálcicas. Outra conclusão é que o comportamento reológico das suspensões de bentonita se desenvolveu significativamente nas primeiras 24 horas de preparação.

O efeito da incorporação do sal quaternário de amônio em uma bentonita sódica com diferentes concentrações para uso em nanocompósitos, foi analisado por Silva et al., (2012). Os resultados comprovaram que a concentração de argila/água empregada durante a organofilização afeta a estrutura das organofílicas produzidas. Em relação à concentração concluiu que o uso de um menor teor de argila/água durante o processo de organofilização provoca uma estrutura mais desordenada, em maior teor de água a suspensão diluída tem partículas quase esfoliadas em camadas isoladas.

Tonnesen et al., (2012), concluíram que as argilas bentoníticas além de varias aplicações industriais uma área específica vem se destacando em sua utilização, que é a de fluidos de perfuração de poços de petróleo base água, pois essas argilas apresentam propriedades reológicas relacionadas à viscosidade e tixotropia, que permite o controle da viscosidade do fluido, enquanto que as propriedades tixotrópicas permitem que a suspensão assumam uma estrutura gelatinosa quando em repouso.

Santos (2012), concluiu nos seus estudos que a viscosidade do fluido de perfuração tem efeito importante sobre a limpeza do poço, já a força gel tem importância crucial na sustentação dos cascalhos cortados com a parada do bombeamento, impedindo o encerramento da broca. O controle do pH do fluido de perfuração é de suma importância na prevenção de corrosão das ferramentas de perfuração. A salinidade do fluido é um parâmetro a ser monitorado para que o controle da corrosão das ferramentas e a leitura de perfis do poço possam ser bem sucedidos.

A purificação de argilas bentoníticas utilizando um hidrociclone, visando o desenvolvimento de argilas organofílicas para uso em fluidos de perfuração base óleo, foi estudado por Costa et al., (2012). Os parâmetros da purificação foram avaliados pelas seguintes técnicas: análise granulométrica por difração de laser (AG), difração de raios X (DRX) e análise química por fluorescência de raios X (EDX). Os resultados mostram que o processo de purificação foi eficiente na redução de impurezas presentes na bentonita.

A influência do envelhecimento térmico nas propriedades reológicas, de filtração, de lubricidade e de prisão diferencial de fluidos argilosos, foi estudado por Nascimento et al., (2012). Os resultados evidenciaram que:

- i. A temperatura promoveu a gelificação dos fluidos, sendo, portanto, responsável pelos elevados valores de propriedades reológicas e de filtração;
- ii. O coeficiente de lubricidade não foi alterado pelas variáveis temperatura e tipo de envelhecimento;
- iii. O aumento da concentração de argila associado ao aumento da temperatura resultou em menores coeficientes de prisão diferencial e,
- iv. Condições mais severas de envelhecimento foram observadas para os fluidos envelhecidos sob condição dinâmica.

Abdou e Al-Sabagh (2013), realizaram estudos reológicos de nanopartículas de bentonita para uso em fluidos de perfuração de poços de petróleo. Foram avaliadas, neste trabalho, a caracterização físico-mineralógica, como também propriedades reológicas, filtração e resistência do gel, antes e depois do tratamento com agente de perda de viscosidade e de filtro. Os resultados evidenciaram que as nano bentonita em nano escala não apresentaram resultados satisfatórios de acordo com o padrão API.

A influência da pressão no processo de purificação de argilas bentoníticas do Município de Cubati - PB, por hidrociclonagem, foi estudado por Oliveira et al., (2014). A purificação das argilas foi avaliada através das seguintes técnicas:

- i. Análise Granulométrica por Difração a Laser (AG);
- ii. Difração de Raios X (DRX) e,
- iii. Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX).

As pressões utilizadas no hidrociclonte foram de 1,5 - 2,0 bar e 3,0 - 3,5 bar. Os resultados mostraram que o processo de purificação mais eficiente foi para pressão de 3,0 - 3,5 bar.

O processo de purificação de argilas bentoníticas com o objetivo de transformá-las em organofílica para uso em fluidos de perfuração base óleo, foi estudado por Figueiredo et al., (2014 e 2015). Os resultados evidenciaram que o processo de purificação melhora suas propriedades reológicas, como também sua intercalação no processo de organofilização para aplicação em fluidos de perfuração.

2.2. Planejamento Experimental

O planejamento experimental é uma metodologia relativamente antiga, desenvolvida entre 1920 e 1930 por Fisher, sendo posteriormente aperfeiçoada por outros pesquisadores como Box, Hunter e Taguchi.

Desenvolvendo uma pesquisa no Rothamsted Agricultural Experiment Station, em Londres, Ronald A. Fisher, foi o inovador no uso dos métodos estatísticos e da análise de dados. Em 1933, levou seu trabalho para a Universidade de Londres, onde o DOE (Design of Experiments) foi aplicado em experimentos agrícolas e em ciências biológicas, tendo alcançado enorme sucesso.

O pensamento de maneira sistemática sobre um problema contribui de forma significativa para sua solução. De acordo com Montgomery, (2001), uma maneira sistemática de avaliar a magnitude de várias fontes de variação que influenciam um processo deve se iniciar com a identificação e seleção dos fatores que possam contribuir para a variação. Geralmente, sessões de *brainstorming*, fluxogramas e diagramas de causa-efeito realizados por especialistas no processo, podem contribuir para a escolha apropriada destes fatores.

A execução de um planejamento experimental tem por finalidade suprir informações sobre o relacionamento de diferentes fatores, ou seja, explicitar quais são os impactos de cada fator na resposta analisada e como eles se relacionam entre si. Sendo assim, o planejamento experimental é uma abordagem utilizada para se montar e organizar um experimento, definindo a priori quais são os fatores e os níveis de regulagens a fim de avaliar como esses fatores influenciam nas respostas do processo.

O planejamento experimental, portanto, é uma técnica de extrema importância para a indústria, pois seu correto emprego permite identificar conjuntamente o comportamento de diversos fatores e como podem estar influenciando os resultados, podendo um bom planejamento reduzir os custos financeiros e o tempo do processo, itens fundamentais em tempos de concorrência globalizada. A sua aplicação no desenvolvimento de novos produtos é importante, onde uma maior qualidade dos resultados dos testes pode levar um projeto a desempenho superior seja em termos de suas características funcionais como também sua robustez (COOK, 2007; CASTILLO, 2010; HAIR JR *et al.*, 2015).

As principais técnicas de planejamento de experimental já existiam e potencialmente poderiam estar sendo sistematicamente aplicadas em empresas há muitos anos. Porém, a maioria destas técnicas requer uma quantidade exaustiva de cálculos, tornando providencial o emprego de software estatístico e o suporte de bases de dados eletrônicos (PALLÚ, 2005).

Um fator que tem impulsionado a aplicação de planejamento experimental pelas empresas são as ferramentas computacionais de análise estatística, assim como soluções corporativas que, cada vez mais, facilitam a realização das análises, a manutenção e o gerenciamento de dados. Neste sentido a tendência é que tais técnicas tornem-se mais próximas de aplicações práticas e, portanto mais utilizadas (PALLÚ, 2005).

O planejamento experimental relaciona as variáveis em estudo de maneira sistemática, proporcionando a obtenção das respostas desejadas em um menor tempo.

Dentre os planejamentos experimentais existentes destacam-se os fatoriais, os quais são amplamente utilizados em experimentos em que é necessário estudar os efeitos de interação dos fatores sobre a resposta. Essa técnica exige um planejamento prévio dos experimentos, que inclui a escolha das variáveis (fatores) e dos valores que estas assumirão nas medidas experimentais (níveis).

Entre os planejamentos fatoriais destaca-se a Análise de Variância, que supõe três pressupostos básicos:

- i. A homocedasticidade, isto é, variância constante nas combinações dos níveis dos fatores;
- ii. A independência entre os ensaios;
- iii. A distribuição normal para a variação aleatória (média do erro igual a zero e variância σ^2 constante).

Essas suposições são testadas mediante a aproximação dos dados a um modelo de regressão, e a partir desse ajuste são encontrados os valores de resíduos, ou seja, a diferença entre o valor medido e o estimado (ARANDA et al. 2008).

A homocedasticidade é validada no gráfico de resíduos versus valores ajustados, a independência entre os ensaios através do gráfico de resíduos versus a ordem dos dados, e a normalidade do erro pode ser testada por uma distribuição *normal* de probabilidade dos resíduos. Considera-se que a Análise de Variância deve ser realizada primeiramente a qualquer outra, pois, caso não se encontre evidências de influência significativa, minimiza-se o risco de interpretações errôneas de informações gráficas. Portanto, após o delineamento e a coleta dos dados experimentais, o primeiro passo é realizar a Análise de Variância para validar se os efeitos principais e a interação entre os fatores são estatisticamente significativos (ANUNZIATA e CUSSAA, 2008).

Geralmente o planejamento experimental é utilizado para possibilitar a inferência estatística e fornecer informações sobre o comportamento das respostas entre os níveis das variáveis em estudo. Com isso objetiva-se evidenciar a qualidade da repetição dos níveis,

minimizando custos, por não se repetir todos os experimentos, demanda e desgaste de equipamento, tempo de processo, menor exposição do analista e menor volume de descarte.

O planejamento fatorial é uma ferramenta estatística importante e simples. Essa observa os efeitos e interações das variáveis com objetivo de entender os processos que estão sendo monitorados em um determinado sistema (BARROS NETO et al., 2006).

Para executar um planejamento fatorial é preciso determinar quais os fatores (variáveis independentes) e qual a resposta de interesse (variável dependente) para o sistema que se deseja estudar. Também é preciso definir que objetivo se quer alcançar com os experimentos, porque isto definirá que tipo de planejamento deverá ser utilizado.

Devido a sua simplicidade e baixo custo, o planejamento fatorial de dois níveis, completo ou fracionário, é muito utilizado em estudos preliminares ou como passo inicial para uma otimização. Neste tipo de planejamento, cada fator é estudado em dois níveis (máximo e mínimo) e, portanto, supõe-se uma linearidade nos efeitos dos fatores. Para a obtenção de uma superfície de resposta não linear, e obtenção de um ponto ótimo, é necessário a avaliação de um maior número de pontos (CALADO & MONTGOMERY, 2003).

Diversas técnicas de planejamento experimental e análise estatística dos dados são empregadas para a otimização de diferentes sistemas. Neste sentido, a análise de variância é o método mais utilizado para avaliar se um modelo construído é adequado ao sistema em avaliação (BARROS NETO et al., 1995).

O planejamento fatorial é uma estratégia analítica útil e sua principal aplicação reside na triagem das variáveis mais relevantes de um determinado sistema analítico (MONTGOMERY, 1996).

Após este processo de triagem das variáveis mais significativas, são executados experimentos que permitem o refinamento e um melhor conhecimento do sistema em estudo (BARROS NETO et al., 1995).

Na proposição de um planejamento experimental é fundamental que o mesmo seja capaz de fornecer exatamente o tipo de informação que o analista deseja. Assim, a atividade mais importante não está na análise de dados e sim, no planejamento dos experimentos em que estes dados devem ser obtidos.

Na otimização é utilizando a metodologia de superfície de resposta (MSR), modelos matemáticos lineares ou quadráticos são ajustados aos dados obtidos segundo um planejamento experimental. Nestes casos, os experimentos são realizados aleatoriamente e as variáveis são analisadas todas de uma vez, permitindo que os efeitos da interação também possam ser avaliados (BOX et al., 1978).

CAPÍTULO 3

3.0. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais

As argilas bentoníticas estudadas nesta pesquisa foram provenientes de regiões do Estado da Paraíba: Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista. As amostras foram coletadas de depósitos diferentes, passando em seguida por um processo de beneficiamento compreendendo a secagem em estufa a 60 °C, moagem em moinho de bolas e passada em peneira ABNT N° 200 (0,074 mm).

3.2. Metodologia

3.2.1. Ensaio de Caracterização

Após a etapa de beneficiamento as argilas foram submetidas a ensaios de caracterização por meio das seguintes técnicas:

- i. Análise Granulométrica por Difração de Laser (AG);
- ii. Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX);
- iii. Difração de Raios X (DRX).

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Caracterização da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande - PB.

3.2.1.1. Análise Granulométrica por Difração de Laser (AG)

A análise de granulométrica por difração de laser é uma técnica de caracterização usada para determinar valores da distribuição granulométrica, tendo vasta utilização devido à sua facilidade de operação, rapidez e amplitude de leitura. Para realização desta caracterização, as argilas bentoníticas foram passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074 mm), e dispersas em 250 ml de água destilada, em um agitador Hamilton Beach N5000 a velocidade de 17.000 rpm por 10 min. Logo em seguida, as dispersões foram agitadas por 5 min e colocadas em um equipamento CILAS modelo 1064, em modo úmido, até atingir a concentração ideal que é de 170 unidades de difração/área de incidência.

3.2.1.2. Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX)

A espectroscopia por fluorescência de raios X é uma técnica utilizada para determinar a composição química dos materiais, fornecendo os percentuais de óxidos presentes e também os valores de perda ao fogo (SANTOS, 2009).

As amostras de argilas bentoníticas foram passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074 mm) e submetidas à análise química por fluorescência de raios X. O espectrômetro de fluorescência de raios X determina semi quantitativamente os elementos presentes em uma determinada amostra, mediante a aplicação de raios X na superfície da amostra e a posterior análise dos raios X fluorescentes emitidos em equipamento EDX 720 da Shimadzu. A geração de raios X é feita por meio de um tubo com alvo de Rh. Neste trabalho, foram analisadas as determinações dos teores de: perda ao rubro (por calcinação a 1000 °C das argilas secadas a 110 °C), SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO e outros óxidos.

3.2.1.3. Difração de Raios X (DRX)

A difração de raios X é uma das principais técnicas de caracterização, pois além de ser possível determinar os parâmetros da célula unitária e pontos de simetria, promove a identificação das fases cristalinas presentes nas amostras em análise, como a presença do argilomineral esmectítico, bem como a presença de minerais acessórios. Quanto a uma correta avaliação das posições dos picos num DRX é possível fazer uma identificação qualitativa das substâncias presentes no material estudado. A posição dos picos difratados se refere à distância interplanar basal dos planos cristalográficos paralelos, sendo única para cada composto que pode ser identificado com base na comparação entre seus picos difratados e padrões conhecidos (SOUZA SANTOS, 1992).

Já a intensidade dos picos, após o processo de organofilização, vai depender de duas variáveis:

- i. Quantidade de tensoativo intercalado;
- ii. Dispersão das moléculas na distância interplanar basal.

As argilas bentoníticas foram acondicionadas em porta amostra de Alumínio para análise por difração de raios X, em equipamento XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi K α do Cu, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA; a velocidade do goniômetro foi de 2°/min, passo de 0,02° e varredura de 2° até 30°, para as amostras de argilas organofílicas, a varredura é de 1,5° até 10°.

3.2.2. Planejamento Experimental

O planejamento adotado foi do tipo *one-way* (único fator) com três tratamentos e quatro repetições em cada tratamento. O fator adotado na pesquisa foi à origem da argila (Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista) todas de regiões do Estado da Paraíba.

O objetivo do trabalho foi determinar se a origem da argila bentoníticas influencia:

- i. Na composição química da argila em termos do percentual de dióxido de silício (SiO_2); óxido de alumínio (Al_2O_3); óxido de ferro (Fe_2O_3); óxido de magnésio (MgO); óxido de cálcio(CaO) e outros óxidos;
- ii. Na distribuição granulométrica das argilas;
- iii. No diâmetro médio das partículas;
- iv. Na composição mineralógica.

Neste trabalho foi usado o software estatístico MINITAB 17.0.

Para verificar se existiam diferenças significativas entre as respostas médias dos locais de origem das argilas foi utilizado a Análise de Variância. O procedimento foi empregado para inferir se tais diferenças realmente existem a determinado nível de confiança (MONTGOMERY, 1996; MONTGOMERY e RUNGER, 2003;).

Completando a análise, foi usado o Teste de Tukey para investigar quais as médias de todas as combinações de pares de média são significativamente diferentes entre si, ao nível de 95% de confiabilidade.

A Análise de Variância é usada para comparar médias quando o experimento tem um único fator de interesse e mais de dois níveis para o único fator. Neste trabalho esta sendo investigados experimentos com um único fator de interesse (origem das argilas bentoníticas), tendo cada experimento (composição química e distribuição granulométrica) três níveis para o único fator (Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista).

Os experimentos estudados são aleatórios com um único fator e três níveis para o único fator. Esses níveis são chamados de “tratamentos” e cada tratamento tem quatro observações ou “réplicas”. Foram realizadas aleatoriamente 12 réplicas em cada experimento investigado, para balancear o efeito de qualquer variável perturbadora, que possa influenciar na composição química ou distribuição granulométrica das argilas bentoníticas estudadas.

No caso em estudo foi realizada a decomposição da variação, ou seja, das variâncias em:

- i. Variação atribuída às diferenças entre as unidades experimentais (quadrado médio do resíduo - QMR) e,

- ii. Variação atribuída às diferenças entre as unidades experimentais e atribuída às diferenças causadas pelos tratamentos ou fatores (quadrado médio dos tratamentos - QMTrat).

Nesta etapa do trabalho foram testadas duas proposições, se as médias dos tratamentos foram iguais ou não. O teste se baseia nas hipóteses abaixo descritas:

- i. H_0 : (hipótese nula) - Admite que as médias do fator (dos locais de origem das argilas) são todas iguais;
- ii. H_a : (hipótese alternativa) - Admite que as médias do fator (dos locais de origem das argilas) não são todas iguais.

A primeira hipótese H_0 , também chamada de hipótese de nulidade, admite que não existam diferenças significativas entre as médias dos fatores (locais de origem das argilas) envolvidos. Já a segunda hipótese, H_a , também chamada de hipótese alternativa, considera que existe diferença significativa entre as médias e, portanto, elas não são todas iguais (MONTGOMERY e RUNGER, 2003).

3.2.3. Análise Estatística

Tabela 1. Resultado da Análise de Variância

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (g.l)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor $F_{\text{Calculado}}$
Local de Origem	K-1	$SQ_{\text{tratamento}}$	$MQ_{\text{tratamento}}$	-	-
Erro	N-K	SQ_E	MQ_E	-	-
Total	N-1	SQ_T	-	-	-
R^2		R			

A Tabela 1 mostra a saída do MINITAB para ANOVA, quando o experimento tem um único fator (locais de origem das argilas).

Sendo:

K: número de níveis ou tratamentos;

N: número total de observações ou repetições.

Os valores de P e F são utilizados na estatística de teste conforme critério de decisão:

- Se o valor de p for $\leq 0,05$ a determinado nível de significância, as médias das repetições do tratamento são significativamente diferentes, a um nível de 95% de confiabilidade, nesse caso a hipótese H_0 é rejeitada;
- Se o valor de p for $> 0,05$ a determinado nível de significância, as médias das repetições do tratamento não são significativamente diferentes, a um nível de 95% de confiabilidade, a hipótese H_0 não é rejeitada;
- Se $F_{\text{Calculado}} > F_{\text{Tabelado}}$, a determinado nível de significância as médias das repetições do tratamento são significativamente diferentes a um nível de 95% de confiabilidade, a hipótese H_0 é rejeitada;
- Se $F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$, a determinado nível de significância, as médias das repetições do tratamento não são significativamente diferentes a um nível de 95% de confiabilidade, nesse caso a hipótese H_0 não é rejeitada;

O p-valor, também denominado nível descritivo do teste, é a probabilidade de que a estatística do teste (como variável aleatória) tenha valor extremo em relação ao valor observado (estatística) quando a hipótese H_0 é verdadeira. O teste parcial F é um teste estatístico da contribuição adicional de uma variável para a precisão de previsão acima da contribuição das variáveis já na equação, o valor de F é calculado para todas as variáveis simulando que cada uma seja a última a entrar na equação, fornecendo a contribuição adicional de cada variável acima de todas as outras (HAIR et al., 2005).

O coeficiente de determinação será calculado usando a equação 1, que representa a variação explicada pelo dados obtidos.

Equação 1:

$$R^2 = \frac{SQ_{\text{Efeito principal}}}{SQ_{\text{Total}}} \quad (1)$$

a) Coeficiente de Correlação entre as Variáveis (R)

O coeficiente de correlação (R) é calculado usando a equação $R = \sqrt{R^2}$, que representa a correlação entre as variáveis. O valor de R varia entre -1 e 1. O valor -1 indica uma correlação linear negativa e o valor 1 indica uma correlação linear positiva. É um número usado para classificar a correlação da seguinte forma:

- Correlação Perfeita: $R= 1$
- Forte Correlação: $R = 0,75$
- Média Correlação: $0,5 < R < 0,75$
- Fraca Correlação: $R < 0,5$
- Inexiste Correlação: $R= 0$

b) Comparações Múltiplas de Médias - Teste de Tukey

O teste de comparações múltiplas de médias é efetuado quando existe diferença entre as médias dos fatores, pois completa a análise de variância, comparando e mostrando o resultado de todas as combinações de pares de médias entre as normas e as concentrações.

Foi utilizado o teste de Tukey para determinar quais as médias são estatisticamente diferentes ao nível de 95% de confiabilidade, para obter o valor da diferença mínima significativa (*d.m.s.*) entre duas médias. De acordo com o teste de Tukey, duas médias são significativamente diferentes toda vez que o valor absoluto da diferença entre elas forem igual ou maior do que a diferença mínima significativa. Para obter o valor da *d.m.s.* pelo teste de Tukey basta usar a equação 2:

Equação 2:

$$d.m.s = q \cdot \sqrt{\frac{QMR}{r}} \quad (2)$$

Onde:

d.m.s: diferença mínima significativa

q: valor dado na tabela ao nível de significância estabelecida

QMR: quadrado médio do resíduo na análise de variância

r: número de repetições de cada tratamento

CAPÍTULO 4

4.0. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Composição Química das Argilas Bentoníticas

As Tabelas de 2 a 7 apresentam os percentuais de óxidos presentes na composição química de argilas bentoníticas originárias de jazimentos localizados nos Municípios do Estado da Paraíba: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista; obtidas como variável resposta de Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX):

Tabela 2. Teor do Dióxido de Silício - (SiO₂)

Origem	Repetições	Vr (SiO ₂)
Pedra Lavrada	1	53,7
Pedra Lavrada	2	59,3
Pedra Lavrada	3	54,6
Pedra Lavrada	4	56,2
Sossego	1	54,8
Sossego	2	57,0
Sossego	3	53,5
Sossego	4	53,1
Boa Vista	1	62,0
Boa Vista	2	57,3
Boa Vista	3	76,3
Boa Vista	4	65,2

Fonte: Autor - Legenda: SiO₂ = Dióxido de Silício; Vr = Variável resposta.

Analisando os valores da Tabela 2, verifica-se que as argilas bentoníticas que apresentaram teores médios mais elevados de sílica foram as do Município de Boa Vista, 65,2% de SiO₂.

As argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego apresentam valores de mesma ordem de grandeza, sendo esses valores médios de 55,95% (Pedra Lavrada) e 54,60% (Sossego).

Os teores de sílica presentes nas amostras estudadas são originários das camadas dos silicatos, ou seja, das camadas tetraédricas do argilomineral, micas e feldspato, e também do quartzo (variedade cristalina) e sílica livre.

Teores elevados de sílica livre presente nas argilas poderá restringir sua aplicação industrial, principalmente em relação as suas propriedades reológicas (SOUZA SANTOS, 1992).

Comparando esses valores com da argila americana Cloisite Na⁺ determinados por Ferreira et al., 2013, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Tabela 3. Teor de Óxido de Alumínio - (Al₂O₃)

Origem	Repetições	Vr (Al ₂ O ₃)
Pedra Lavrada	1	34,1
Pedra Lavrada	2	32,4
Pedra Lavrada	3	30,8
Pedra Lavrada	4	34,5
Sossego	1	26,6
Sossego	2	25,6
Sossego	3	29,8
Sossego	4	31,9
Boa Vista	1	23,6
Boa Vista	2	26,7
Boa Vista	3	14,3
Boa Vista	4	21,5

Fonte: Autor - Legenda: Al₂O₃ = Óxido de Alumínio; Vr = Variável resposta.

Fundamentado em análise dos dados da Tabela 3, constata-se que as argilas bentoníticas que apresentaram teores médios mais elevados de alumina são as dos depósitos situados no Município de Pedra Lavrada, 32,95% de Al₂O₃.

As argilas de Boa Vista têm menores valores em relação aos depósitos de Pedra Lavrada e Sossego, sendo o valor médio de 21,52% de Al₂O₃.

Os teores de alumina presente nas amostras são originários das camadas octaédrica do argilomineral esmectítico ou caulinítico, micas e feldspato.

Teores baixo de alumina restringe as aplicações industriais das argilas bentoníticas, principalmente em relação ao uso cerâmico (SOUZA SANTOS, 1992).

Comparando esses valores com da argila americana Cloisite Na⁺ determinados por Ferreira et al.,(2013), verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Tabela 4. Teor de Óxido de Ferro - (Fe₂O₃)

Origem	Repetições	Vr (Fe ₂ O ₃)
Pedra Lavrada	1	7,5
Pedra Lavrada	2	3,4
Pedra Lavrada	3	8,6
Pedra Lavrada	4	4,8
Sossego	1	6,6
Sossego	2	6,2
Sossego	3	4,1
Sossego	4	6,6
Boa Vista	1	7,4
Boa Vista	2	9,3
Boa Vista	3	6,1
Boa Vista	4	7,6

Fonte: Autor - Legenda: Fe₂O₃ = Óxido de Ferro; Vr = Variável resposta.

Analisando os dados da Tabela 4, observa-se que as argilas bentoníticas que apresentaram teores médios mais elevados de óxido de ferro são as dos depósitos localizados no Município de Boa Vista, 7,60% de Fe₂O₃.

As argilas originárias de Pedra Lavrada e Sossego apresentaram valores médios semelhantes, 6,07% (Pedra Lavrada) e de 5,87% (Sossego).

Os teores de ferro presente nas amostras são originários da camada octaédrica do argilomineral esmectítico, hematita, magnetita, limonita, goetita e pirita.

Com teores elevados de ferro poderá a argila bentoníticas apresentar coloração vermelha após calcinação (SOUZA SANTOS, 1992).

Comparando esses valores com da argila americana Cloisite Na⁺ determinados por Ferreira et al., 2013, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Observando-se os valores da Tabela 5, verifica-se que as argilas bentoníticas que apresentaram teores percentuais mais elevados de óxido de magnésio são as do Município de Sossego, sendo o percentual médio de 4,57% de MgO.

Em relação às argilas do Município de Boa Vista, observa-se que os valores foram inferiores as dos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada, com valor médio de 2,9% de MgO.

Os teores de MgO presente nas amostras são originárias da camada octaédrica do argilomineral esmectítico, ou do calcário dolomítico.

Teores de magnésio presente nas argilas agem como agente fundente e tendem a baixar o ponto de fusão (SOUZA SANTOS, 1992).

Tabela 5. Teor de Óxido de Magnésio - (MgO)

Origem	Repetições	Vr (MgO)
Pedra Lavrada	1	2,0
Pedra Lavrada	2	2,4
Pedra Lavrada	3	2,3
Pedra Lavrada	4	2,5
Sossego	1	3,1
Sossego	2	3,1
Sossego	3	6,7
Sossego	4	5,4
Boa Vista	1	3,5
Boa Vista	2	3,1
Boa Vista	3	2,1
Boa Vista	4	2,9

Fonte: Autor - Legenda: MgO = Óxido de Magnésio; Vr = Variável resposta.

Comparando esses valores com da argila americana Cloisite Na⁺ determinados por Ferreira et al., 2014, verifica-se que os valores médios de óxido de magnésio encontrados são inferiores.

Analisando os dados da Tabela 6, constata-se que as argilas que apresentaram teores médios mais elevados de óxido de cálcio foram as do Município de Sossego, 4,2% de CaO, em seguida as do Município de Pedra Lavrada com 0,7% de CaO.

Em relação às argilas bentoníticas do Município de Boa Vista observa-se que os valores médios de óxidos de cálcio foram inferiores as argilas de Pedra Lavrada e Sossego, 0,67% de CaO. Os teores de CaO presente nas amostras são oriunda da calcita, dolomita e gipsita.

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na⁺ determinados por Ferreira et al., 2013, verifica-se que os valores encontrados foram inferiores para as argilas dos Municípios de Boa Vista e Pedra Lavrada.

Tabela 6. Teor de Óxido de Cálcio – (CaO)

Origem	Repetições	Vr (CaO)
Pedra Lavrada	1	0,1
Pedra Lavrada	2	0,5
Pedra Lavrada	3	0,0
Pedra Lavrada	4	0,5
Sossego	1	5,9
Sossego	2	5,5
Sossego	3	4,7
Sossego	4	0,7
Boa Vista	1	1,8
Boa Vista	2	0,7
Boa Vista	3	0,3
Boa Vista	4	0,9

Fonte: Autor – Legenda: CaO = Óxido de Cálcio; Vr = Variável resposta.

Denomina-se de outros óxidos a soma dos percentuais de óxidos presentes na composição química das argilas bentoníticas estudadas, com percentual médio abaixo de 1%.

Baseado nos valores da Tabela 7 constata-se que as argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada apresentam teores médios mais elevados de outros óxidos, 2,47%. As argilas do Município de Boa Vista apresentam valores inferiores as dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego, 1,90% (Boa Vista).

Tabela 7. Teor de outros óxido

Origem	Repetições	Vr (outros óxidos)
Pedra Lavrada	1	2,6
Pedra Lavrada	2	2,0
Pedra Lavrada	3	3,7
Pedra Lavrada	4	1,6
Sossego	1	3,0
Sossego	2	2,6
Sossego	3	1,2
Sossego	4	2,3
Boa Vista	1	1,8
Boa Vista	2	3,0
Boa Vista	3	0,9
Boa Vista	4	1,9

Fonte: Autor – Legenda: Vr = Variável resposta.

Os teores abaixo de 1% como Na_2O e K_2O presentes nas amostras são oriunda de feldspatos, mica e cátions trocáveis.

Os teores de Na_2O e K_2O presente nas argilas agem como agentes fundente e são indesejável para materiais refratário (SOUZA SANTOS, 1992).

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na^+ determinados por Ferreira et al., 2013, verifica-se que os valores são superiores as argilas dos Municípios de Boa Vista e Pedra Lavrada.

A Tabela 8 contém dados da composição mineralógica das argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, obtidas por análise de caracterização realizada por meio de Difração de Raios X, no Laboratório de Caracterização da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais.

Observando-se os dados acima referenciados, verifica-se que as argilas dos depósitos de Pedra Lavrada e Sossego apresentaram composições mineralógicas similares, ou seja, caulinita, quartzo e feldspato.

As argilas de Boa Vista apresentaram menos minerais acessórios, comparativamente as argilas de Pedra Lavrada e Sossego.

Teores elevados de quartzo restringem o uso industrial, principalmente em relação a novas aplicações.

Comparando esses valores com da argila americana Cloisite Na⁺ determinados por Ferreira et al., 2013, verifica-se que as argilas norte americana apresenta um maior grau de pureza.

Tabela 8. DRX das argilas esmectíticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

MUNICÍPIO	COMPOSIÇÃO MINERALÓGICA
Pedra Lavrada	Esmectita, caulinita, quartzo, feldspato
Sossego	Esmectita, caulinita, quartzo e feldspato
Boa Vista	Esmectita e quartzo

4.1.1. Análise de Variância - ANOVA

Com os dados das Tabelas 2 a 7, foi possível realizar o estudo da análise de variância utilizando o percentual médio do teor dos óxidos presentes na composição química das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com o objetivo de verificar se a composição química das argilas difere significativamente em relação a sua origem.

A Tabela 9 mostra os valores da análise de variância dos teores de dióxido de silício (SiO₂) das argilas bentoníticas dos Municípios acima citados.

Os níveis ou tratamentos da ANOVA são: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com quatro repetições por tratamento (cf. Tabela 2).

Analisando valores contidos na Tabela 9, verifica-se que os resultados dos teores de sílica (SiO₂) são significativamente diferentes por apresentarem valor de $P < 0,05$ ($P = 0,029$). O valor de F ratifica o valor de P, sendo o valor de $F_{\text{Calculado}} = 5,37$ e o de $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$, ou seja, valor de $F_{\text{Calculado}} > F_{\text{Tabelado}}$.

Fundamentado no exposto, é possível afirmar que as amostras em estudo apresentaram valores de dióxido de silício (SiO₂) significativamente diferentes, sendo provavelmente atribuído a origem geológica de cada jazimento, ou seja, presença de minerais acessórios tais como sílica livre, mica, feldspato, hematita e carbonatos, bem como, a um nível de 95% de confiabilidade, é possível afirmar que existem diferenças significativas nos teores de dióxido de silício quando da variação da origem das argilas, ou seja, os teores de

silício influenciaram na formação geológica das argilas do Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Tabela 9. Análise de Variância - Dióxido de Silício

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor <i>F</i>
Local de Origem	2	266,3	133,16	0,029	5,37
Erro	9	223,3	24,81		
Total	11	489,6			

$R^2 = 54,1\%$ $R = 0,74$

Quanto a correlção, existe uma forte correlação entre a origem das argilas e o percentual de dióxido de silício, $R^2 = 54,1\%$ e $R = 0,74$.

As argilas de Boa Vista tem maior valor médio do teor de dióxido de silício, 65,20%.

A Tabela 10 mostra os valores da análise de variância para teores médios percentuais de óxido alumina (Al_2O_3) das argilas bentoníticas oriundas dos Municípios estudados

Fundamentado nos dados da Tabela 3, constata-se que os níveis da análise de variância são: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com quatro repetições por tratamento.

Analisando os valores contidos na Tabela 10, verifica-se que os resultados dos teores de alumina (Al_2O_3) são significativamente diferentes, $P \leq 0,05$ ($P = 0,005$). O valor de *F* ratifica o valor de *P*, valor de $F_{Calculado} > F_{Tabelado}$. $F_{Calculado} = 10,18$ e $F_{Tabelado} = 4,26$.

Tabela 10. Análise de Variância - Óxido de Alumínio

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor <i>F</i>
Local de Origem	2	265,1	132,57	0,005	10,18
Erro	9	117,2	13,02		
Total	11	382,3			

$R^2 = 69,3\%$ $R = 0,83$

De acordo com análise acima é possível concluir que as amostras em estudo apresentam valores de óxido de alumínio (Al_2O_3) significativamente diferentes, sendo provavelmente atribuído à origem geológica de cada jazimento, ou seja, presença de minerais acessórios tais como sílica livre, mica, feldspato, hematita e carbonatos.

Existe uma forte correlação entre a origem das argilas e o percentual de óxido de alumínio, $R^2 = 69,3\%$ e $R = 0,83$. As origens das argilas influenciam no teor de óxido de alumínio, sendo a argila oriunda de Boa Vista a que apresentou maior valor médio para o teor de óxido de alumínio de $32,95\%$.

É possível afirmar que existem diferença significativa no teor de óxido de alumínio quando da variação da origem geológica das argilas, amparado no resultado da ANOVA, ao nível de 95% de confiabilidade.

A Tabela 11 mostra os valores da análise de variância para teores percentuais de óxido de ferro (Fe_2O_3) das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e, Boa Vista.

Os níveis da análise de variância são: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com quatro repetições por nível (cf. Tabela 4).

Amparado nos resultados da Tabela 11, constata-se que os teores percentuais de óxido de ferro (Fe_2O_3) não são significativamente diferentes. O valor de $P = 0,345$ ($P > 0,05$) e o valor de F ratifica o valor de P , ($F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$). $F_{\text{Calculado}} = 1,20$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$.

Tabela 11. Análise de Variância - Óxido de Ferro

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	7,122	3,561	0,345	1,20
Erro	9	26,675	2,964		
Total	11	33,797			

$R^2 = 21,1$ $R = 0,46$

Os níveis da análise de variância são: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com quatro repetições por nível (cf. Tabela 4).

Amparado nos resultados da Tabela 11, constata-se que os teores percentuais de óxido de ferro (Fe_2O_3) não são significativamente diferentes. O valor de $P = 0,345$ ($P > 0,05$) e o valor de F ratifica o valor de P, ($F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$). $F_{\text{Calculado}} = 1,20$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$.

Pelo exposto é possível concluir que as amostras em estudo não apresentaram valores de óxido de ferro (Fe_2O_3) significativamente diferentes, sendo provavelmente atribuída a origem geológica de cada jazimento, ou seja, presença de minerais acessórios como hematita, magnesita e goetita. Não há diferença significativa no teor de óxido de ferro quando da variação da origem das argilas, ao nível de 95% de confiabilidade, portanto a origem geológicas das argilas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista não influenciam no teor de óxido de ferro.

Quanto à correlação, não existe uma forte correlação entre a origem das argilas e o percentual de óxido de ferro. $R^2 = 21,1\%$ e $R = 0,46$.

As argilas oriunda de Boa Vista apresentam maior valor médio percentual do teor de óxido de ferro (7,6%).

A Tabela 12 mostra os valores da análise de variância para teores percentuais de óxido de magnésio (MgO) das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Os níveis da ANOVA são: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, com quatro repetições por nível, totalizando 12 repetições.

Tabela 12. Análise de Variância - Óxido de Magnésio

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	11,12	5,561	0,041	4,67
Erro	9	10,73	1,192		
Total	11	21,85			

$R^2 = 50,9\%$ $R = 0,71$

Analisando os dados acima descritos verifica-se que os teores de óxido de magnésio (MgO) são significativamente diferentes, o valor de $P = 0,041$ ($P \leq 0,05$). O valor de F ratifica o valor de P, ($F_{\text{Calculado}} > F_{\text{Tabelado}}$). $F_{\text{Calculado}} = 4,67$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$.

Pelo exposto, pode-se concluir que as amostras em estudo apresentaram valores de óxido de magnésio (MgO) significativamente diferentes, sendo provavelmente atribuído a origem geológica de cada jazimento, ou seja, presença de minerais acessórios como carbonatos.

Existe uma forte correlação entre a origem das argilas e o percentual de óxido de ferro presentes em suas composições químicas, $R^2 = 50,9\%$ e $R = 0,71$.

Com base nos resultados da ANOVA é possível concluir que há diferença significativa no teor de óxido de magnésio quando da variação da origem das argilas, ao nível de 95% de confiabilidade.

Pode-se afirmar também que a origem geológica das argilas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, influenciam no teor de óxido de magnésio.

A argila oriunda de Sossego apresenta o maior valor médio para o teor de óxido de magnésio (4,58%).

A Tabela 13 mostra os valores ANOVA para teores percentuais de óxido de cálcio (CaO) das argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Fundamentados nos resultados da Tabela 13, constata-se os teores percentuais de óxido de cálcio (CaO), presentes nas amostras estudadas, são significativamente diferentes. $P = 0,008$ ($P \leq 0,05$). O valor de F ratifica o valor de P, $F_{\text{Calculado}} > F_{\text{Tabelado}}$ ($8,61 > 4,26$).

Tabela 13. Análise de Variância - Óxido de Cálcio

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	35,41	17,703	0,008	8,61
Erro	9	18,49	2,055		
Total	11	53,90			

$$R^2 = 66,7\%$$

$$R = 0,81$$

Os valores de óxido de cálcio (CaO) nas argilas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, são influenciados em sua composição química, pela origem geológica de cada jazimento, ou seja, presença de minerais acessórios como carbonatos.

Existe uma forte correlação entre a origem das argilas e o percentual de óxido de cálcio, $R^2 = 66,7\%$ e $R = 0,81$.

Pelo exposto, é possível concluir que existe diferença significativa no teor de óxido de cálcio quando da variação da origem das argilas, ao nível de 95% de confiabilidade.

É válido afirmar que as origens das argilas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, influenciam no teor de óxido de cálcio presentes em suas composições químicas.

As argilas oriunda de Sossego apresentaram o maior valor médio para o teor de óxido de cálcio (4,20%).

Nomeia-se de outros óxidos a soma dos percentuais de óxidos presentes na composição química das argilas bentoníticas estudadas, com percentual médio abaixo de 1%.

A Tabela 14 mostra os valores da ANOVA para os teores percentuais de outros óxidos presentes na composição química das argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Amparados nos dados da Tabela 14, verifica-se que o percentual de teores de outros óxidos presentes nas amostras não são significativamente diferentes, $P = 0,639$ ($P > 0,05$). O resultado da ANOVA mostra também que o valor de $F_{\text{calculado}}$ (0,47) $<$ F_{tabelado} (4,26), ratificando o valor e P, e indicando que a origem da argila bentonítica não influencia no percentual de outros óxidos presentes em sua composição química, principalmente em relação a origem geológica de cada jazimento, ou seja, na presença de minerais acessórios, sugerindo que os valores de outros óxido presentes nas argilas em estudos, não são influenciado pela origem geológica de cada jazimento.

Tabela 14. Análise de Variância - Outros Óxidos

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	0,6817	0,3408	0,639	0,47
Erro	9	6,5150	0,7239		
Total	11	7,1967			

$$R^2 = 9,5\%$$

$$R = 0,31$$

Quanto à correlação, existe uma fraca correlação entre a origem das argilas e o percentual de outros óxidos: $R^2 = 9,5\%$ e $R (0,31)$.

Finalmente, a partir dos resultado da ANOVA é possível afirmar que não há diferença significativa no teor de outros óxido quando da variação da origem geologicas das argilas betoniticas, ao nível de 95% de confiabilidade.

É válido afirmar que as origens das argilas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista não influenciam no teor de outros óxido. A argila oriunda de Pedra Lavrada apresentou o maior valor médio para o teor de outros óxido (2,475%).

4.1.2. Teste de Tukey

Para comparar entre si, as médias do teor percentual dos óxidos presente na composição química das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, foi realizado o teste de *Tukey*, ao nível de 95% de confiabilidade.

A Tabela 15 e a Figura 1 contêm os valores do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), para as médias percentuais dos teores de dióxido de silício (SiO_2) das argilas bentoníticas dos Municípios acima referenciados.

Tabela 15. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (SiO_2)

Origem	Repetições	Média Y(SiO_2)	Avaliação
Boa Vista	4	65,20	A
Pedra Lavrada	4	55,95	AB
Sossego	4	54,60	B

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

Analisando os dados da Tabela 15 e da Figura 1, a um nível de 95% de confiabilidade, observa-se que a média do teor de dióxido de silício na composição das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Boa Vista são iguais entre si, entretanto, a média do teor de dióxido de silício das argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Boa Vista são significativamente diferentes entre si. Em relação às dos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada verificou-se que são iguais entre si.

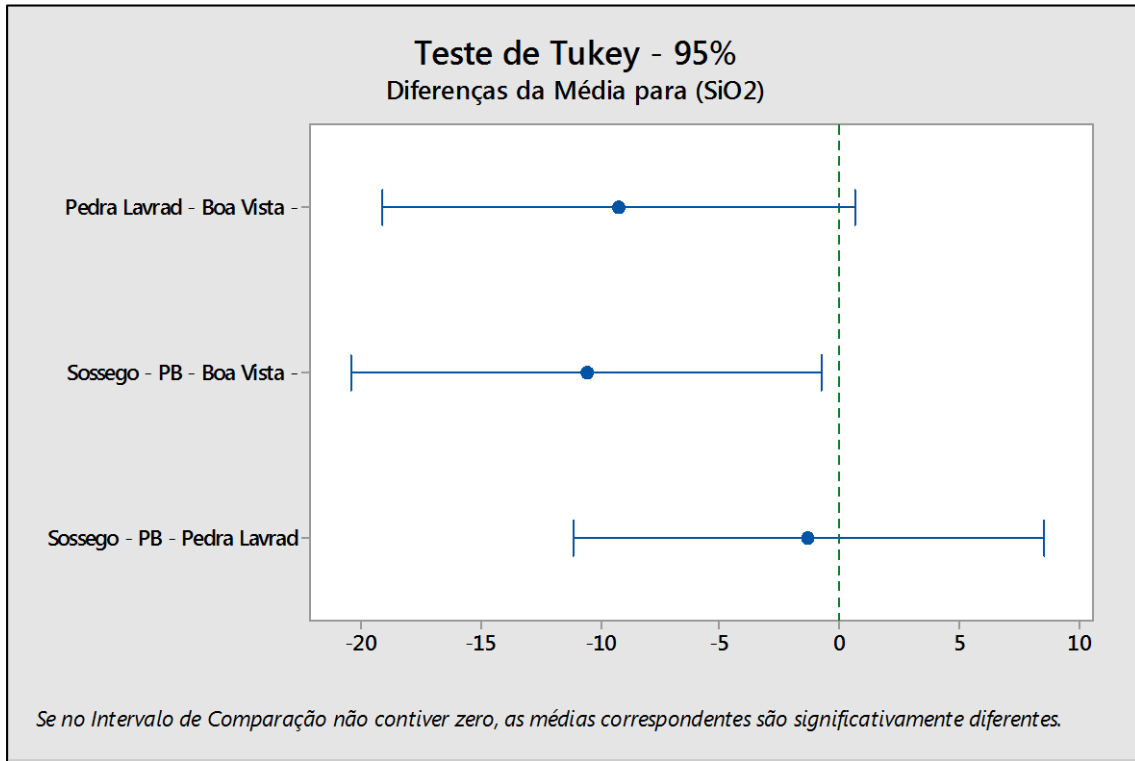


Figura 1. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Os valores do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), das médias percentuais dos teores de óxido de alumínio (Al_2O_3) das argilas bentoníticas dos Municípios acima referenciados, estão revelados na Tabela 16 e na Figura 2.

Tabela 16. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (Al_2O_3)

Origem	Repetições	Média -Y(Al_2O_3)	Avaliação
Boa Vista – PB	4	32,95	A
Pedra Lavrada – PB	4	28,48	B
Sossego – PB	4	21,52	A B

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

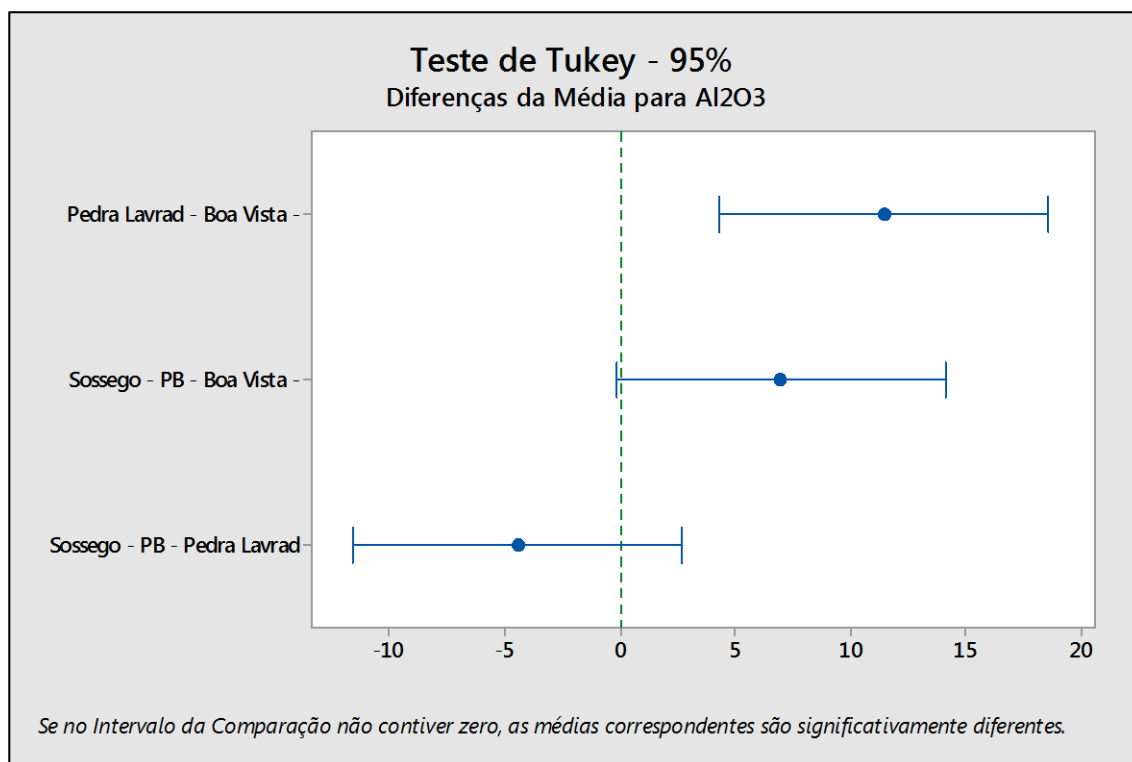


Figura 2. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

A Tabela 17 e na Figura 3 contêm os dados do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), para médias percentuais dos teores óxido de ferro (Fe_2O_3) das argilas bentoníticas dos Municípios de: Pedra Lavrada, Sossego e, Boa Vista.

Analisando os valores supracitados, ao nível de 95% de confiabilidade, verifica-se que a média do teor de óxido de ferro na composição das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Boa Vista são iguais entre si, bem como que as argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Boa Vista, também são iguais entre si. Em relação às dos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada verifica-se que são iguais entre si.

Tabela 17. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (Fe_2O_3)

Origem	Repetições	Média - Y(Fe_2O_3)	Avaliação
Boa Vista	4	7,6	A
Pedra Lavrada	4	6,08	A
Sossego	4	5,875	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

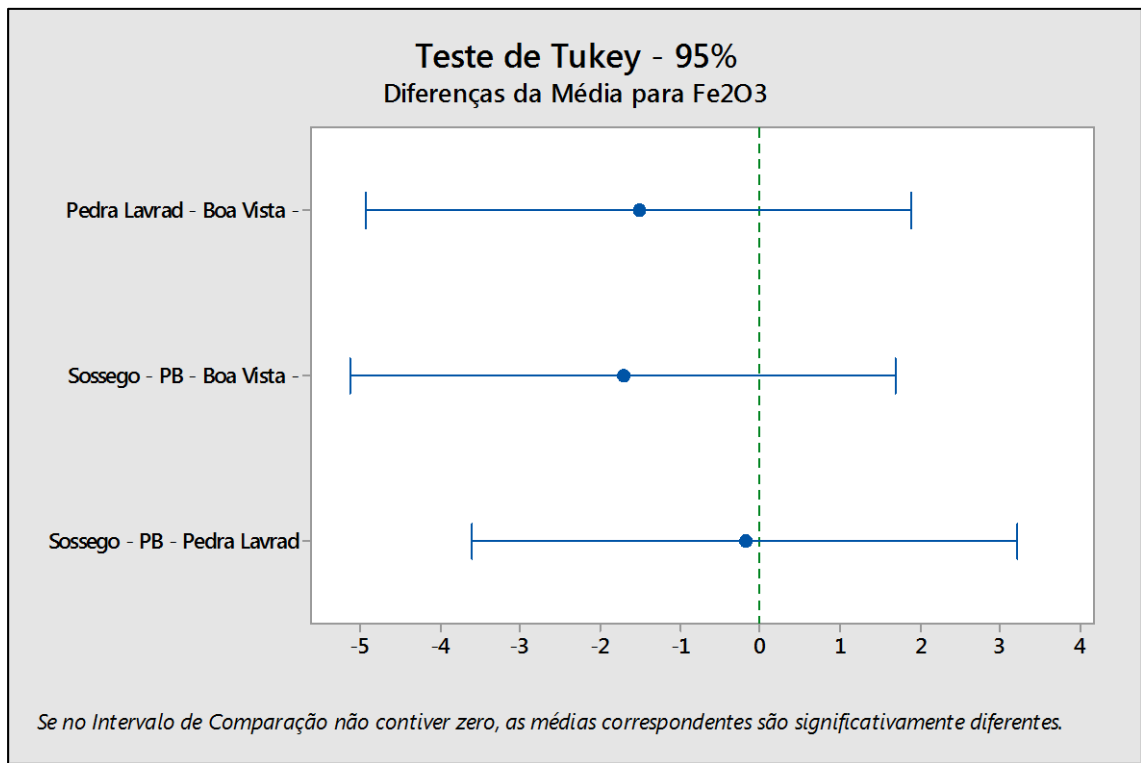


Figura 3. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Os valores do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), para médias percentuais do teor de óxido de magnésio (MgO) das argilas bentoníticas dos Municípios acima citados estão na Figura 4 e Tabela 18.

Tabela 18. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (MgO)

Origem	Repetições	Média -Y(MgO)	Avaliação
Boa Vista	4	2,900	A B
Pedra Lavrada	4	2,300	B
Sossego	4	4,575	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

Observando os valores supracitados, ao nível de 95% de confiabilidade, verifica-se que teor médio de óxido de magnésio na composição das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Boa Vista são iguais entre si, bem como que o teor médio de óxido de magnésio das argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Boa Vista são iguais entre si. Em relação às argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada verifica-se que são significativamente diferentes entre si.

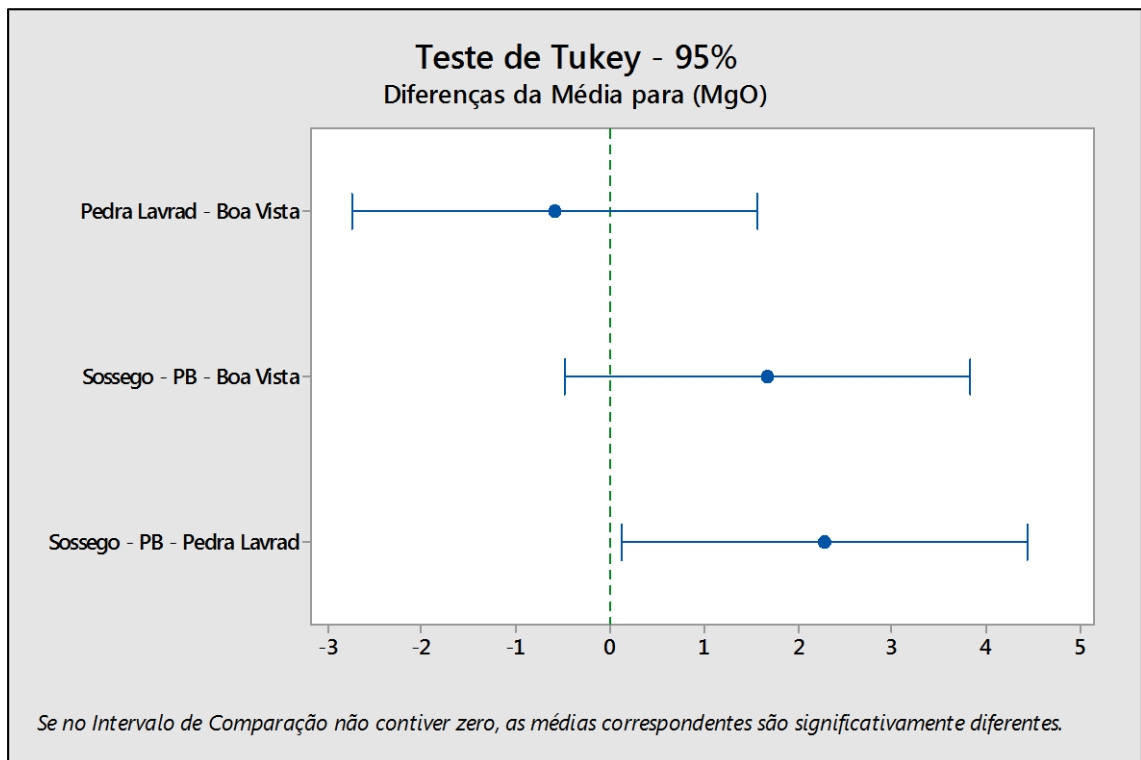


Figura 4. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

A Tabela 19 e a Figura 5 contêm os dados do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), para médias percentuais dos teores óxido de cálcio (CaO) das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e, Boa Vista.

Tabela 19. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (CaO)

Origem	Repetições	Média -Y(CaO)	Avaliação
Boa Vista	4	0,925	A
Pedra Lavrada	4	0,275	A
Sossego	4	4,20	B

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

Analisando os valores supracitados, constata-se que a média do teor de óxido de cálcio na composição das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Boa Vista são iguais entre si, verifica-se também que o teor médio de óxido de cálcio das argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Boa Vista são significativamente diferentes entre si. Em relação às dos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada os valores são significativamente diferentes entre si.

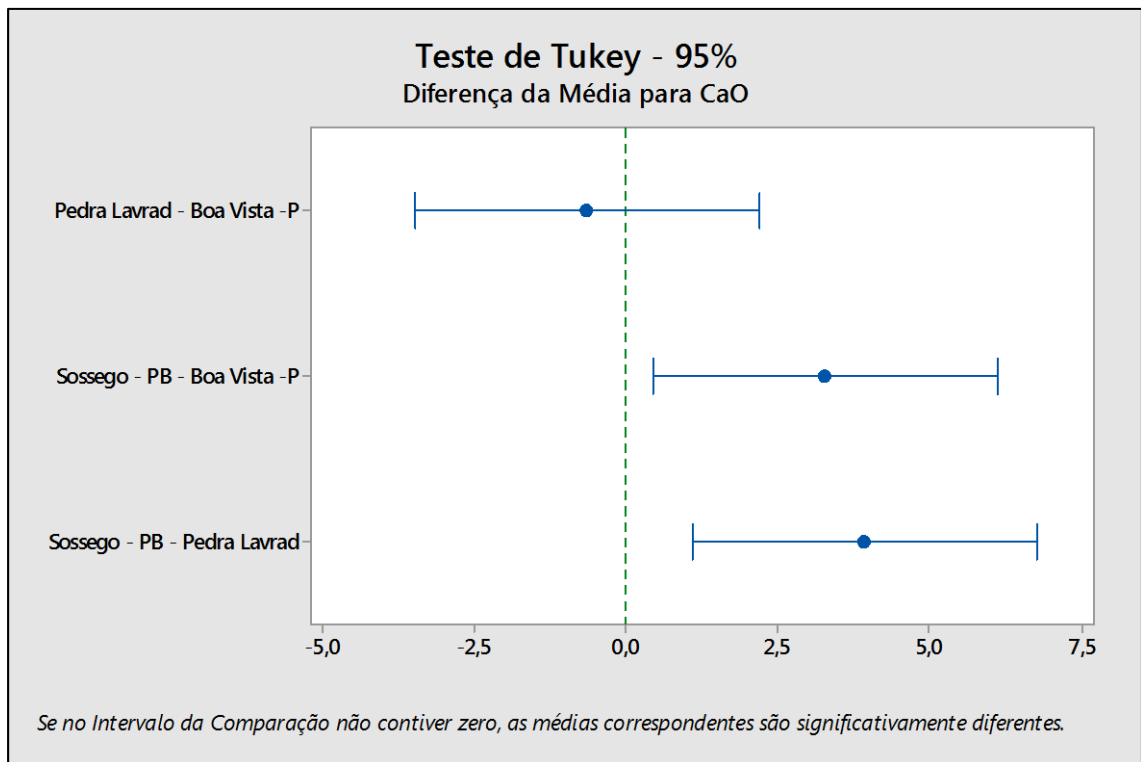


Figura 5. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Os valores do teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$), para médias percentuais dos outros óxidos presentes na composição química das argilas bentoníticas acima referenciados estão apresentados na Tabela 20 e na Figura 6.

Analisando os valores acima referenciados, ao nível de 95% de confiabilidade, constata-se que os valores médios do teor de outros óxidos na composição química das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Boa Vista são iguais entre si, bem como que o teor médio de outros óxidos das argilas bentoníticas dos Municípios de Sossego e Boa Vista, também são iguais entre si. Em relação aos Municípios de Sossego e Pedra Lavrada, constata-se que são iguais entre si.

Tabela 20. Teste de Tukey: Comparações Múltiplas - (outros óxidos)

Origem	Repetições	Média -Y(outros)	Avaliação
Boa Vista	4	1,900	A
Pedra Lavrada	4	2,475	A
Sossego	4	2,275	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

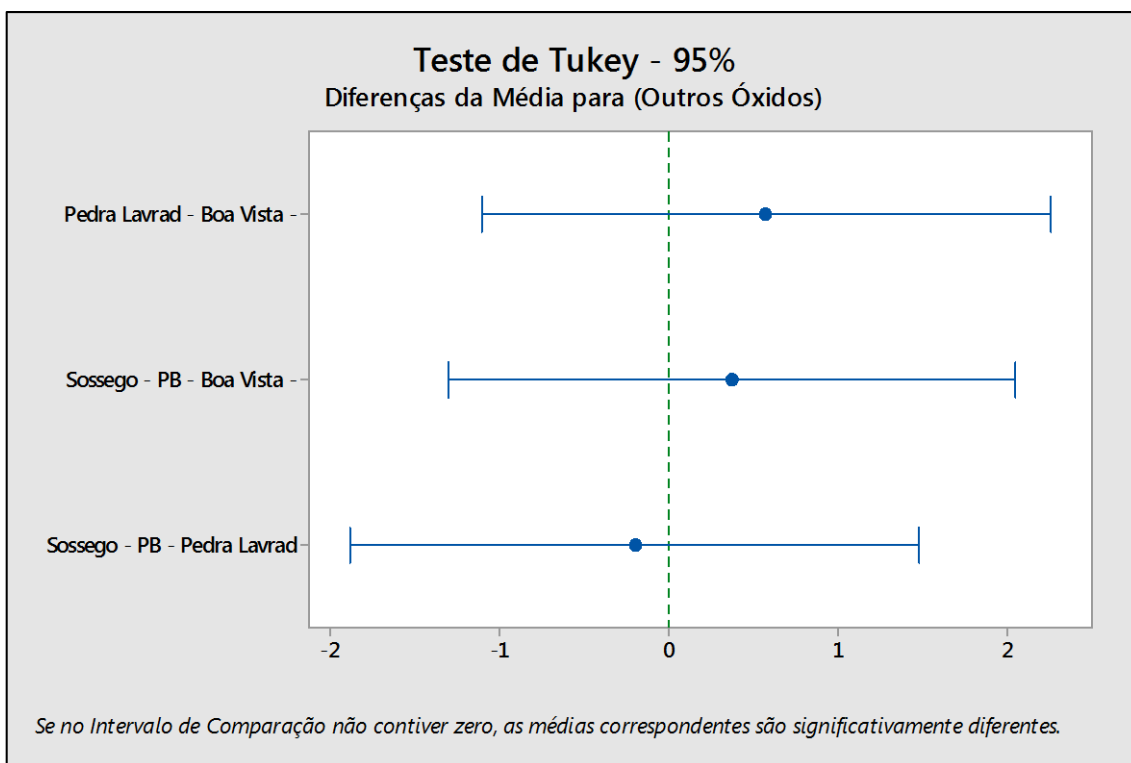


Figura 6. Comparação das Médias: Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Analisando conjuntamente os resultados da caracterização química, tratados por análise de variância e teste de tukey, podemos afirmar que:

O teor médio de dióxido de silício nas argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada não são significativamente diferentes em relação às argilas do Município de Boa Vista, enquanto que o teor médio das argilas bentoníticas do Município de Sossego são significativamente diferentes comparativamente ao teor médio das argilas de Boa Vista.

A presença de teores elevados de sílica livre nas argilas bentoníticas restringe sua aplicação industrial, principalmente em relação às propriedades reológicas.

Comparando-se dos resultados obtidos com os dados da literatura, verifica-se que os valores encontrados são superiores.

O teor médio de óxido de alumínio nas argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada são significativamente diferentes em relação ao teor médio das argilas do Município de Boa Vista, enquanto que o teor médio das argilas bentoníticas do Município de Sossego não são significativamente diferentes comparativamente ao teor médio das argilas de Boa Vista.

A presença de teores elevados de óxido de alumínio nas argilas bentoníticas restringe sua aplicação industrial, principalmente em relação ao uso cerâmico.

Comparando-se os resultados obtidos com os dados da literatura, verifica-se que os valores encontrados são superiores.

O teor médio de óxido de ferro nas argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego não são significativamente diferentes, comparativamente ao teor médio das argilas do Município de Boa Vista.

Argilas com teores elevados de óxido de ferro apresenta coloração vermelho após a calcinação.

Comparando-se os resultados obtidos com os dados da literatura, verifica-se que os valores encontrados são superiores.

O teor médio de óxido de magnésio nas argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego não são significativamente diferentes em relação ao teor médio das argilas do Município de Boa Vista.

A presença de teores de óxido de magnésio nas argilas esmectíticas age como fundentes e tendem a baixar o ponto de fusão.

Comparando-se os resultados obtidos com os dados da literatura, verifica-se que os valores encontrados são inferiores.

O teor médio de óxido de cálcio nas argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada não são significativamente diferentes em relação ao teor médio das argilas de Boa Vista, enquanto que o teor médio das argilas bentoníticas do Município de Sossego são significativamente diferentes comparativamente ao teor médio das argilas de Boa Vista.

O resultado obtido nas argilas dos Municípios de Boa Vista e Pedra Lavrada são inferiores aos dados da literatura.

O teor médio de outros óxidos nas argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada e Sossego não são significativamente diferentes em relação ao teor médio das argilas do Município de Boa Vista.

A presença de teores de outros óxidos age como agentes fundentes e são indesejáveis para materiais refratários.

O resultado obtido nas argilas dos Municípios de Boa Vista e Pedra Lavrada são inferiores aos dados da literatura.

4.2. Distribuição Granulométrica e Diâmetro Médio

Os dados da distribuição granulométrica percentual das partículas das argilas bentoníticas dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, estão nas Tabelas (21 a

24), com as variáveis de respostas: Argilas ($x < 2\mu\text{m}$); Silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$); Areia ($x > 20\mu\text{m}$) e Diâmetro Médio.

A Tabela 21 contém os valores da distribuição granulométrica para fração argila ($x < 2\mu\text{m}$), dos Municípios de: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Analisando os dados acima citados, verifica-se que os valores percentuais da distribuição granulométrica para fração argilas ($x < 2\mu\text{m}$) das argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada têm o maior intervalo entre o valor máximo e mínimo (45,88% e 9,26%), respectivamente. Os valores da distribuição dos tamanhos de partículas da fração argila das bentonitas dos Municípios de Boa Vista e Sossego têm valores de mesma ordem de grandeza.

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na^+ determinados por Ferreira et al., 2014, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Observando os resultados contidos na Tabela 22, percebe-se que os valores percentuais da distribuição granulométrica da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) das argilas bentonitas originárias de Boa Vista e Sossego, são da mesma ordem de grandeza. Para as argilas do Município de Pedra Lavrada os valores percentuais da fração silte são menores.

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na^+ determinados por Ferreira et al., 2014, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Tabela 21. Distribuição Granulométrica Fração Argila

Origem	Repetições	($x < 2\mu\text{m}$) (%)
Pedra Lavrada – PB	1	45,88
Pedra Lavrada – PB	2	19,03
Pedra Lavrada – PB	3	47,23
Pedra Lavrada – PB	4	9,26
Sossego – PB	1	26,90
Sossego – PB	2	26,81
Sossego – PB	3	19,91
Sossego – PB	4	27,75
Boa Vista – PB	1	27,71
Boa Vista – PB	2	37,64
Boa Vista – PB	3	9,08
Boa Vista – PB	4	24,82

Fonte: Autor - Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica.

Os valores da distribuição granulométrica para fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, estão na Tabela 22.

Tabela 22. Distribuição Granulométrica da Fração Silte

Origem	Repetições	($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) (%)
Pedra Lavrada	1	53,97
Pedra Lavrada	2	74,68
Pedra Lavrada	3	43,99
Pedra Lavrada	4	71,03
Sossego	1	69,66
Sossego	2	62,09
Sossego	3	78,18
Sossego	4	72,25
Boa Vista	1	66,85
Boa Vista	2	58,18
Boa Vista	3	86,38
Boa Vista	4	70,60

Fonte: Autor - Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica

Os valores percentuais da distribuição granulométrica para fração areia ($x > 20\mu\text{m}$) de: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, estão na Tabela 23.

Analisando os dados abaixo, constata-se que os valores percentuais da distribuição granulométrica da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$) das argilas bentoníticas de Pedra Lavrada apresenta valor máximo em relação à Boa Vista e Sossego, enquanto as argilas Município de Sossego apresentam valores mínimos. A distribuição percentual do tamanho de partículas das argilas bentoníticas de Boa Vista tem ordem de grandeza compatível com a média do valor máximo e mínimo acima referenciado.

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na^+ determinados por Ferreira et al., 2014, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

Tabela 23. Distribuição Granulométrica - Areia %

Origem	Repetições	Y (x >20 µm)
Pedra Lavrada	1	0,15
Pedra Lavrada	2	6,29
Pedra Lavrada	3	8,78
Pedra Lavrada	4	19,71
Sossego	1	3,44
Sossego	2	11,1
Sossego	3	1,92
Sossego	4	0,0
Boa Vista	1	5,44
Boa Vista	2	4,18
Boa Vista	3	3,54
Boa Vista	4	4,50

Fonte: Autor - Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica

Tabela 24. Distribuição Granulométrica - Diâmetro Médio

Origem	Repetições	Y(Diâmetro Médio) µm
Pedra Lavrada	1	3,29
Pedra Lavrada	2	7,35
Pedra Lavrada	3	6,27
Pedra Lavrada	4	12,25
Sossego	1	5,63
Sossego	2	7,84
Sossego	3	5,91
Sossego	4	4,00
Boa Vista	1	6,44
Boa Vista	2	5,25
Boa Vista	3	7,73
Boa Vista	4	6,48

Fonte: Autor - Legenda: x = valores da distribuição granulométrica

A Tabela 24 apresenta os valores do Diâmetro Médio (μm) de partículas das amostras de argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Analisando os valores supra referenciados, constata-se que os as argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada apresenta o valor máximo (12,25%) e o valor mínimo (3,29%). Os valores das argilas bentoníticas de Boa Vista e Sossego têm mesma ordem de grandeza, ou seja, compatível com valor médio do intervalo supracitado.

Comparando esses valores com da argila americana Closite Na^+ determinados por Ferreira et al., 2014, verifica-se que os valores encontrados foram superiores.

4.2.1. Análise Granulométrica dos Valores Médios

As Figuras (7 a 10), contém os valores médios percentuais da distribuição granulométrica e Diâmetro Médio (μm), de Boa Vista, Sossego e Pedra Lavrada.

Os valores percentuais médios da distribuição de tamanhos de partículas da fração argila ($x < 2\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas dos Municípios de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego, estão apresentados na Figura 7. Verifica-se que os valores percentuais médios da fração argilas ($x < 2\mu\text{m}$) das argilas bentonitas de Boa Vista e Sossego têm mesma ordem de grandeza, 24,81% e 25,34% respectivamente, bem como que as argilas de Pedra Lavrada apresentam valor médio superior aos demais, 30,35%.

Na Figura 8 estão contidos os valores percentuais médios da distribuição de tamanhos de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas dos Municípios de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego.

Observa-se na Figura 8 que os valores percentuais médios da distribuição de tamanhos de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) das argilas bentoníticas dos Municípios de Boa Vista e Sossego apresentam mesma ordem de grandeza, sendo esses valores de 70,50% e 70,54% respectivamente. As argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada apresentam valor médio de distribuição de tamanhos de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) inferior as argilas dos outros municípios citados neste trabalho, sendo esse valor de 60,92%.

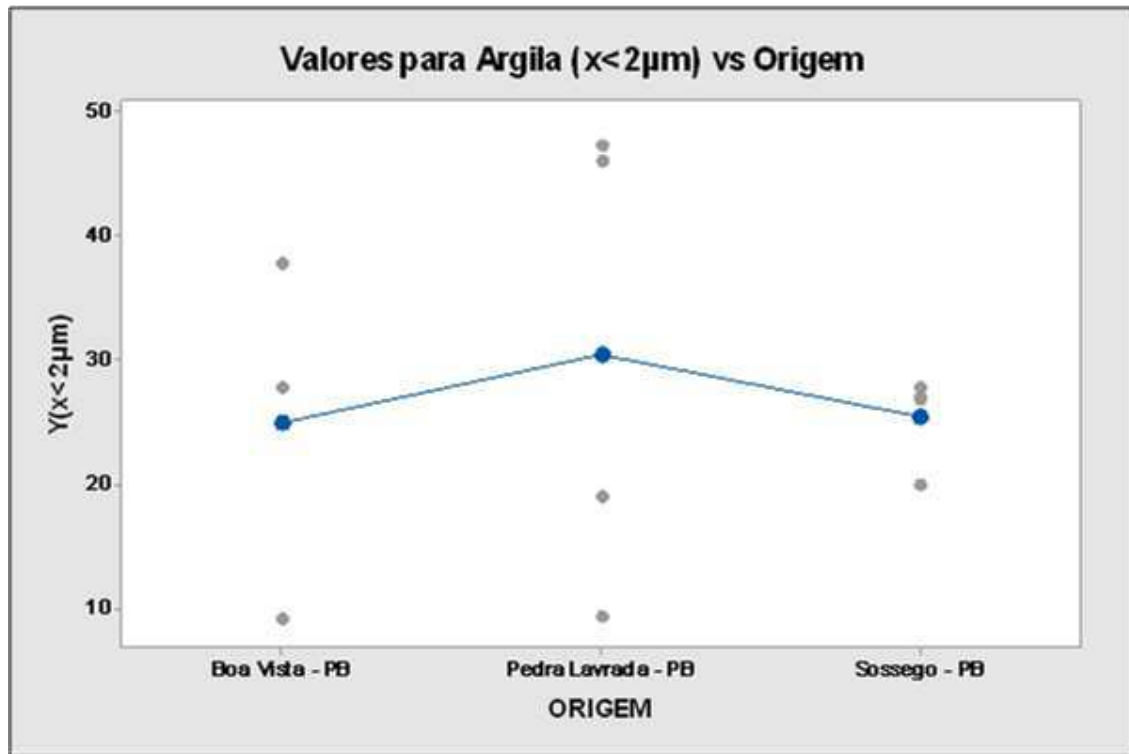


Figura 7. Comparação dos Valores Médios Argila % ($x < 2\mu\text{m}$). Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica

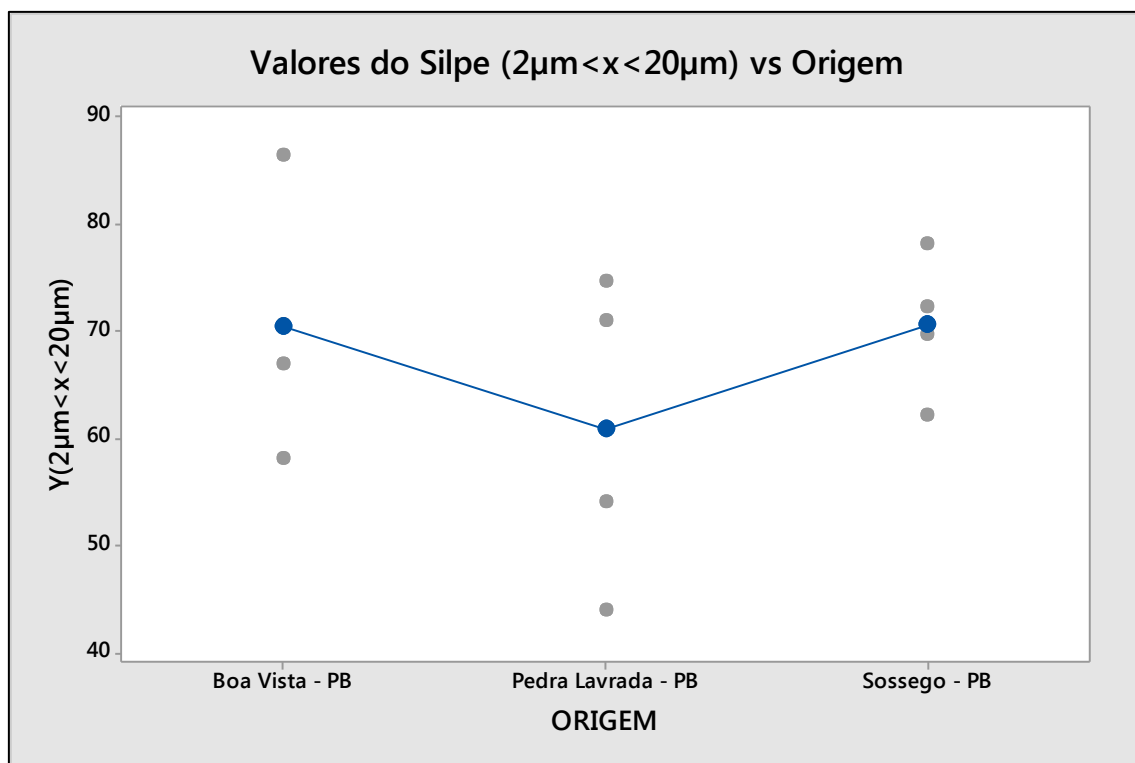


Figura 8. Comparação dos Valores Médios - Silte %. Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica

Na Figura 9 estão contidos os valores percentuais médios da distribuição de tamanhos de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego.

Fundamentado na Figura 9, constata-se que os valores percentuais médios de distribuição de tamanhos de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$) das argilas bentoníticas dos Municípios de Boa Vista e Sossego apresentam mesma ordem de grandeza de 4,42% e 4,12% respectivamente. As argilas do Município de Pedra Lavrada apresentam valor superior em relação às argilas dos outros municípios referenciados, sendo esse valor de 8,73%.

A Figura 10 apresenta valores médios do Diâmetro Médio de tamanhos de partículas, das argilas bentoníticas dos Municípios de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego.

Analisando a Figura 10, constata-se que os valores médios do Diâmetro Médio de partículas das argilas dos Municípios de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego apresentaram mesma ordem de grandeza, sendo esses valores $6,48\ \mu\text{m}$, $7,49\ \mu\text{m}$ e $5,84\ \mu\text{m}$ respectivamente. As argilas bentoníticas do Município de Boa Vista apresentam menor variação dos valores do Diâmetro Médio em relação aos dos outros Municípios referenciados.

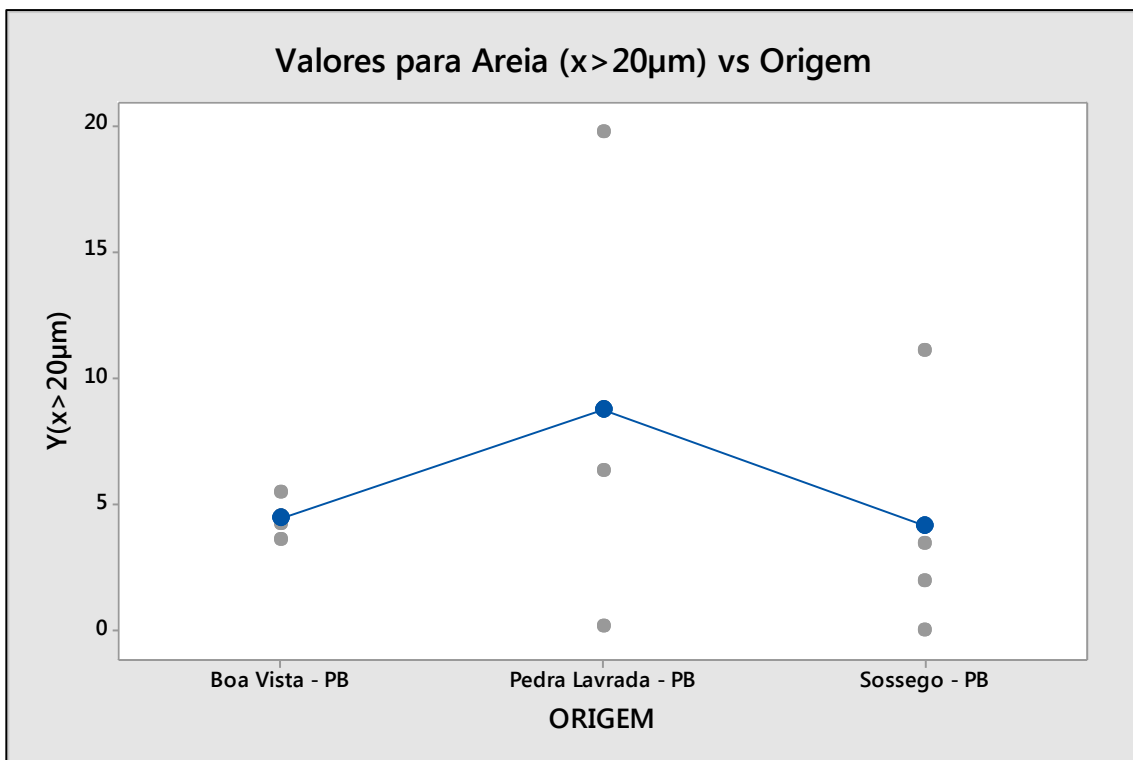


Figura 9. Comparação dos Valores Médios - Areia %. Legenda: x = valores percentuais da distribuição granulométrica

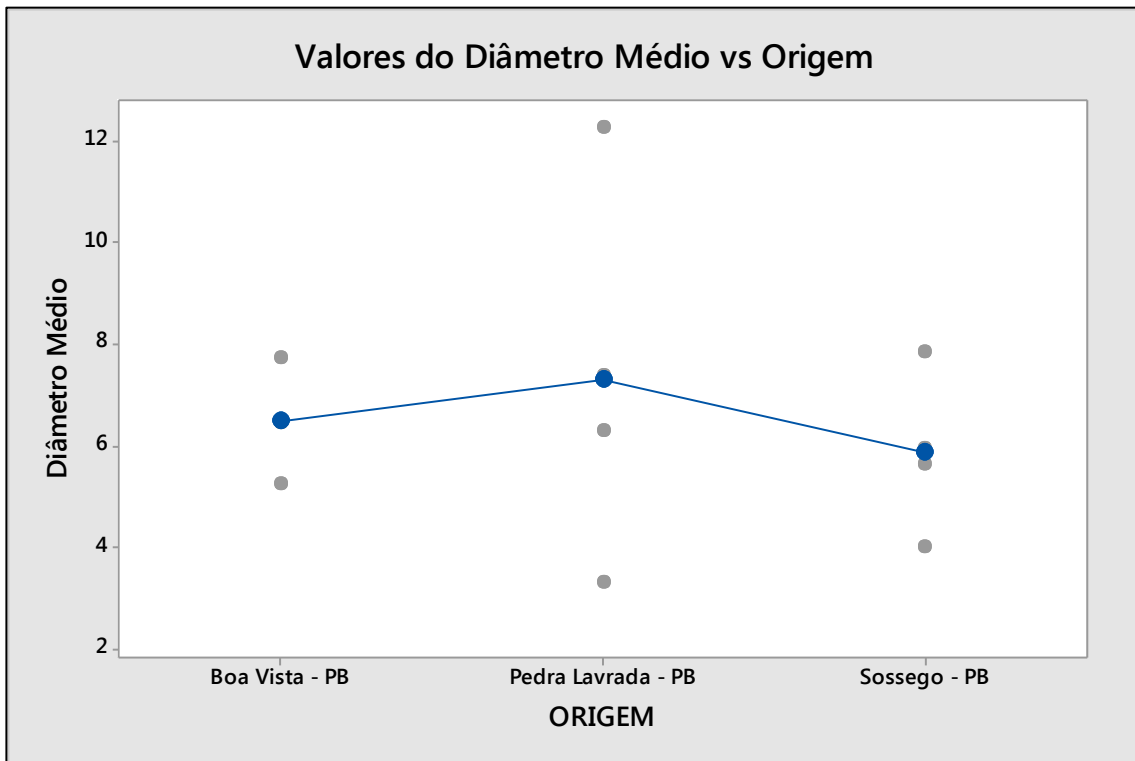


Figura 10. Comparação dos Valores Médios / Diâmetro Médio. Legenda: x = valores do diâmetro médio

4.2.2. Análise de Variância - ANOVA

Para verificar se há diferença significativa na distribuição granulométrica e diâmetro médio das partículas, resultado da análise de caracterização, *análise granulométrica por difração a laser (AG)*, foi realizado a análise de variância da distribuição. Os resultados da AG contidos nas Tabelas de 21 a 24, são os níveis e repetições utilizados na ANOVA.

- i. Tabela 21; Distribuição Granulométrica - Fração Argila ($x < 2\mu\text{m}$)
- ii. Tabela 22: Distribuição Granulométrica - Fração Silte ($2 < x < 20\mu\text{m}$)
- iii. Tabela 23: Distribuição Granulométrica - Fração Areia ($x > 20\mu\text{m}$)
- iv. Tabela 24: Diâmetro Médio das Partículas

A Tabela 25 contém os valores da ANOVA para distribuição de tamanhos de partículas da fração argila % ($x < 2\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista. Sendo os níveis da ANOVA: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista; com quatro repetições por tratamento (cf. Tabela 21).

Analisando os dados, observa-se que para $P = 0,810$ ($P > 0,05$), sugerindo que os valores não são significativamente diferentes. O valor de F corrobora com o valor de P,

$F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$. $F_{\text{Calculado}} = 0,22$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$, indicando que a origem geológica das argilas bentoníticas não influencia na distribuição de tamanhos de partículas da fração argila ($x < 2\mu\text{m}$).

Tabela 25. Análise de Variância para Argila % ($x < 2\mu\text{m}$)

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	74,69	37,35	0,810	0,22
Erro	9	1559,39	173,27		
Total	11	1634,08			

$R^2 = 4,57\%$ $R = 0,21$

Existe uma correlação muito fraca em relação a distribuição de tamanhos de partículas da fração Argila ($x < 2\mu\text{m}$) dos municípios acima referenciados. $R^2 = 4,57\%$ e $R = 0,21$.

A partir dos resultado da ANOVA foi possível constatar que não há diferença significativa na distribuição granulométrica das partículas para fração argila ($x < 2\mu\text{m}$), quando da variação da origem das argilas bentoníticas, ao nível de 95% de confiabilidade. É válido afirmar que a origem das argilas bentoníticas estudadas neste trabalho não influenciaram na distribuição granulométrica por tamanho de partículas da fração argila ($x < 2\mu\text{m}$).

Os valores de análise de variancia para distribuição de tamanhos de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas de Boa Vista, Pedra Lavrada e Sossego, estão na Tabela 26. Os níveis da ANOVA são Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista; com quatro repetições por tratamento (cf. Tabela 22).

Analisando os valores verifica-se que $P = 0,426$ ($P > 0,05$), os resultados não são significativamente diferentes. O valor de F ratifica o valor de P, $F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$. $F_{\text{Calculado}} = 0,94$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$. Indicando que a origem geológica das argilas bentoníticas não influenciaram na distribuição de tamanho de partícula da fração Silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$).

Existe uma fraca correlação entre a origem das argilas betoníticas e a distribuição de tamanhos de partículas para fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$). $R^2 = 17,3\%$ e $R = 0,42$.

Tabela 26. Análise de Variância para Silte % ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	246,1	123,0	0,426	0,94
Erro	9	1177,2	130,8		
Total	11	1423,3			

$R^2 = 17,3\%$ $R = 0,42$

Os resultado da ANOVA na Tabela 26, indicam que não há diferença significativa por tamanho de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$), em relação à variação da origem das argilas, ao nível de 95% de confiabilidade.

Pode-se afirmar que as origens das argilas dos Municípios estudados nesta pesquisa não influenciaram na distribuição de tamanhos de partículas para fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$).

Tabela 27. Análise de Variância para Areia% ($x > 20\mu\text{m}$)

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	53,40	26,70	0,448	0,88
Erro	9	273,01	30,33		
Total	11	326,41			

$R^2 = 16,3\%$ $R = 0,40$

Os valores utilizados na análise de variância para distribuição de tamanhos de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$), das argilas bentoníticas Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista, estão na Tabela 27. Sendo os níveis da ANOVA: Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista; com quatro repetições por tratamento (cf. Tabela 23).

Analisando os resultados da ANOVA verifica-se que $P = 0,448$ ($P > 0,05$), portanto os valores não são significativamente diferentes. O valor de F reafirma o valor de P , $F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$, $F_{\text{Calculado}} = 0,88$ e $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$, indicando que a origem das argilas bentoníticas não influenciaram na distribuição de tamanho de partículas para fração areia ($x > 20\mu\text{m}$).

Existe uma fraca correlação entre a origem das argilas bentoníticas e a distribuição de tamanho de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$). $R^2 = 16,3 \%$ e $R = 0,40$.

A partir dos resultado da ANOVA, é possível concluir que não há diferença significativa na distribuição de tamanho de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$), quando da variação da origem das argilas, ao nível de 95% de confiabilidade. É válido afirmar que as origens das argilas bentoníticas dos Munípios estudados nesta pesquisa não influenciaram na distribuição de tamanho de partícula da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$).

Na Tabela 28 estão contidos os resultados da ANOVA, sendo os níveis Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista; com quatro repetições por tratamento.

Verificando os valores os resultados da ANOVA, Tabela 28, constata-se que para o valor de $P = 0,71$ ($P > 0,05$), indicando que os resultados não são significativamente diferentes. O valor de F ratifica o valor de P , sendo o valor de $F_{\text{Calculado}} = 0,36$ e o valor de $F_{\text{Tabelado}} = 4,26$ ($F_{\text{Calculado}} < F_{\text{Tabelado}}$) sugerindo que a origem das argilas bentoníticas não influenciaram na distribuição granulométrica por tamanho de partículas (Diâmetro Médio).

Em relação os valores R^2 (7,45 %) e R (0,27), conclui-se que existe uma fraca correlação entre a origem das argilas bentoníticas e a distribuição granulométrica das partículas - Diâmetro Médio (μm).

Tabela 28. Análise de Variância para o Diâmetro Médio

Fontes de Variação	Graus de Liberdade (GL)	Soma Quadrática (SQ)	Média Quadrática (MQ)	Valor P	Valor F
Local de Origem	2	4,20	2,10	0,71	0,36
Erro	9	52,16	5,80		
Total	11	56,36			

$R^2 = 7,45 \%$ $R = 0,27$

A partir dos valores da ANOVA (Tabela 28), foi possível observar que não há diferença significativa na distribuição granulométrica por tamanho de partículas (Diâmetro Médio), quando da variação da origem das argilas bentoníticas dos Municípios referenciados ao nível de 95% de confiabilidade. Também podemos afirmar que as origens das argilas não influenciam no Diâmetro Médio das partículas.

4.2.3. Teste de Tukey

Com objetivo de confirmar os resultados da análise de variância, foi realizado o teste de Tukey para identificar se há médias da distribuição granulométrica percentual por tamanho de partícula e diâmetro médio (μm), que diferem entre si ao nível de 95% de confiabilidade, em função da origem das argilas bentoníticas estudadas nesta pesquisa.

Tabela 29. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($x < 2\mu\text{m}$)

Origem	Repetições	Média Y($x < 2\mu\text{m}$)	Avaliação
Boa Vista	4	30,35	A
Pedra Lavrada	4	25,34	A
Sossego	4	24,81	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

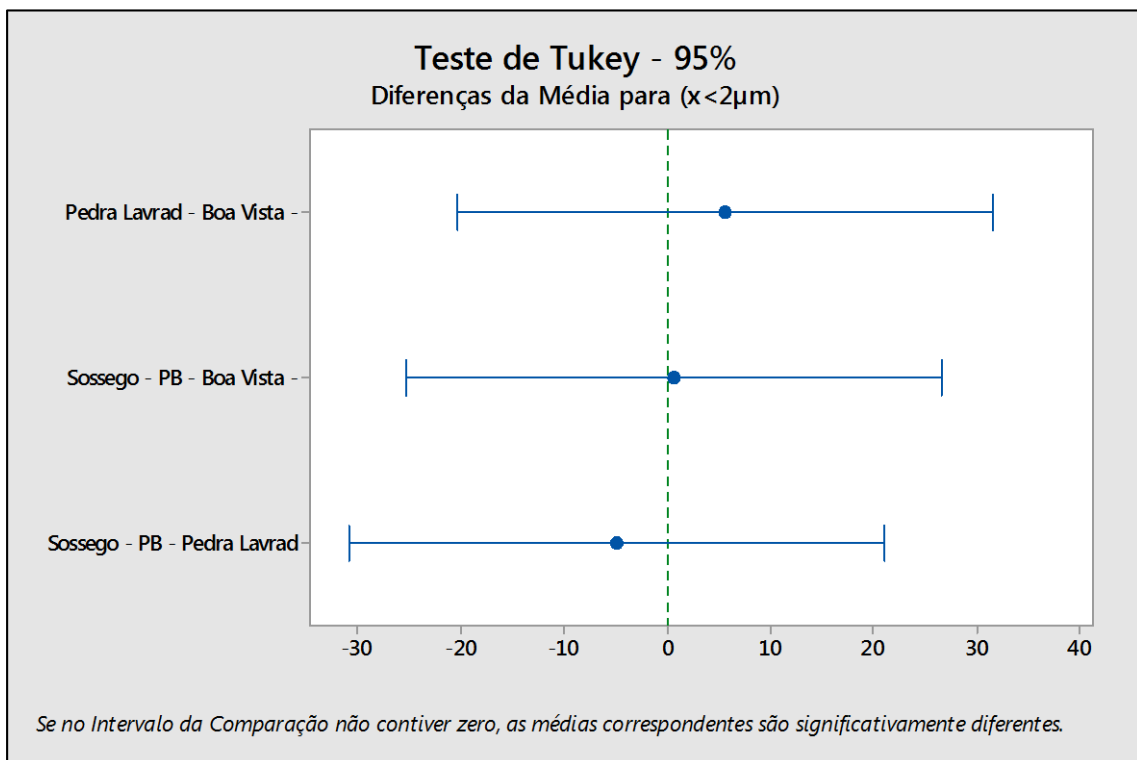


Figura 11. Distribuição Granulométrica ($x < 2\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Na Tabela 29 e Figura 11 estão contidos os valores o teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$) do tamanho de partículas da fração argila ($x < 2\mu\text{m}$) dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Analisando a Tabela 29 e Figura 11 verifica-se que a média percentual da distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas da fração argila ($x < 2\mu\text{m}$) dos Municípios Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista são iguais entre si.

Tabela 30. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)

Origem	Repetições	Média Y($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Avaliação
Boa Vista	4	70,55	A
Pedra Lavrada	4	70,50	A
Sossego	4	60,92	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

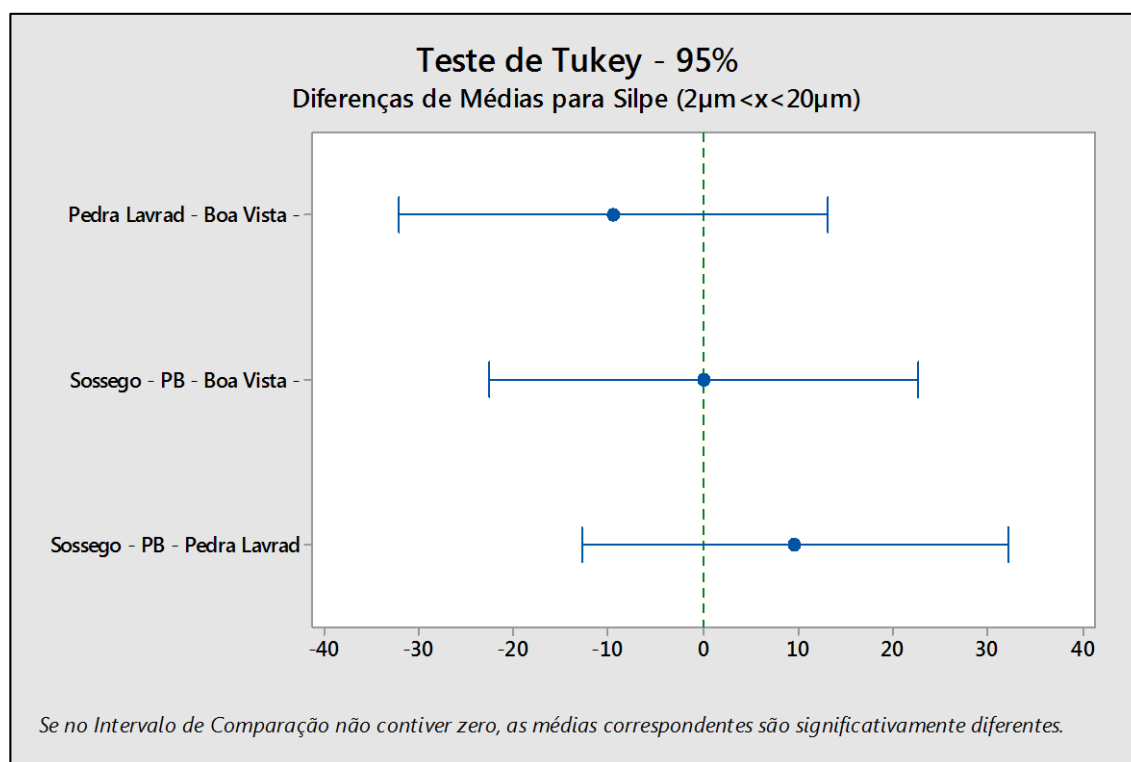


Figura 12. Distribuição Granulométrica ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Estão contidos na Tabela 30 e Figura 12 os valores o teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$) do tamanho de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Observando-se os valores da Tabela 30 e Figura 12, podemos concluir-se que a média percentual da distribuição granulométrica por tamanho de partículas da fração silte ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$) das argilas originárias dos Municípios acima referenciados são iguais entre si.

Estão contidos na Tabela 31 e Figura 13 os valores o teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$) do tamanho de partículas da fração areia ($x > 20\mu\text{m}$) dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Tabela 31. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica ($x > 20\mu\text{m}$)

Origem	Repetições	Média $Y(x > 20\mu\text{m})$	Avaliação
Boa Vista	4	8,73	A
Pedra Lavrada	4	4,42	A
Sossego	4	4,12	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

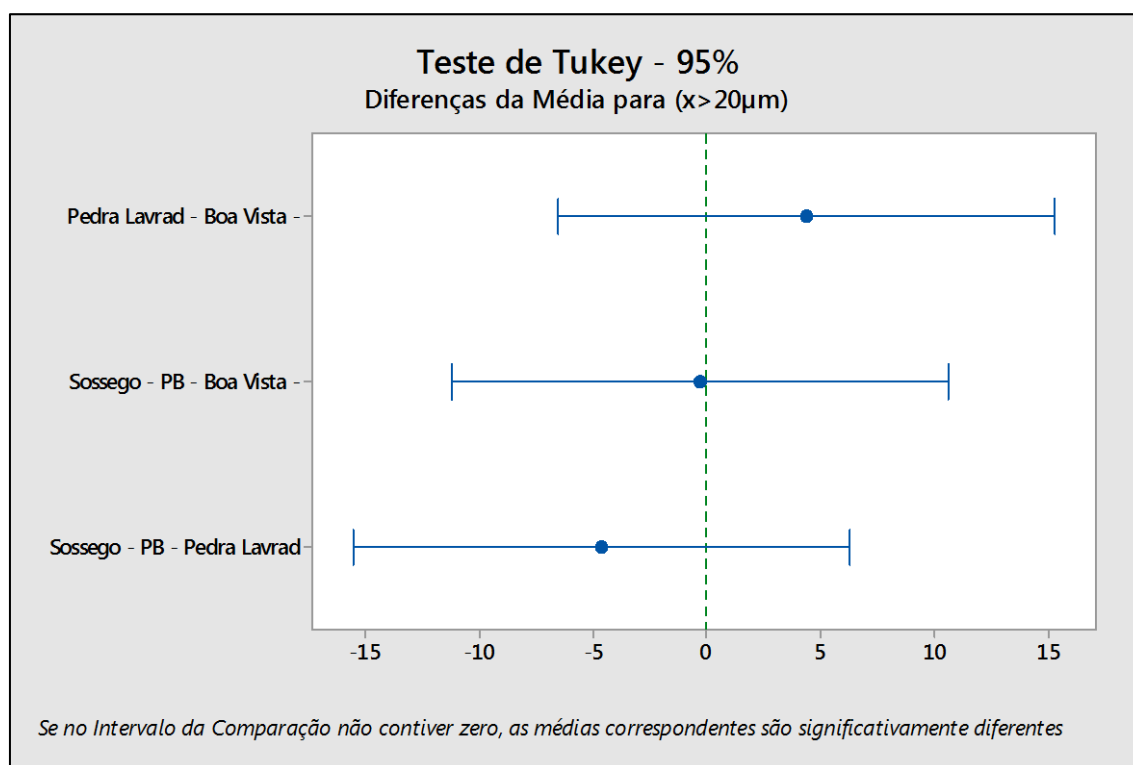


Figura 13. Distribuição Granulométrica ($x > 20\mu\text{m}$): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Verificando os valores da Tabela 31 e Figura 13, observa-se que a média percentual da distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas da fração areia % ($x > 20\mu\text{m}$) dos municípios acima citados são iguais entre si.

Na Tabela 32 e na Figura 14 estão contidos os valores o teste de Tukey - 95% ($\alpha = 0,05$) do Diâmetro Médio das partículas, de argilas bentoníticas originárias dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Tabela 32. Teste de Tukey: Distribuição Granulométrica - Diâmetro Médio

Origem	Repetições	Média Y(Diâmetro Médio)	Avaliação
Boa Vista	4	7,29	A
Pedra Lavrada	4	6,48	A
Sossego	4	5,84	A

Médias seguidas pela mesma letra não diferem significativamente ($\alpha=0,05$)

Analisando os valores da Tabela 32 e Figura 14, verifica-se que a média do Diâmetro Médio (μm) da distribuição granulométrica por tamanho de partículas das argilas originárias dos Municípios supracitados são iguais entre si.

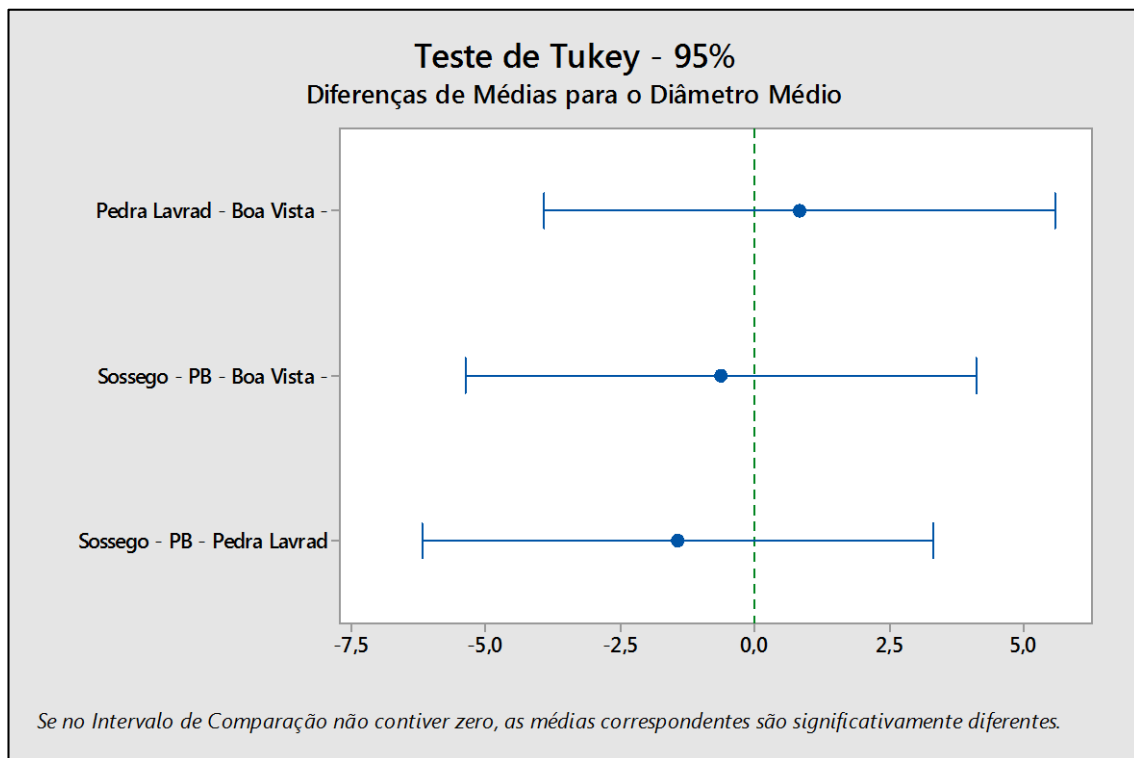


Figura 14. Distribuição Granulométrica (Diâmetro Médio): Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

CAPÍTULO 5

5.0. CONCLUSÕES

Analisando conjuntamente os resultados da caracterização física, química e mineralógica das argilas bentoníticas dos novos depósitos localizados nos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego, comparativamente as argilas do Município de Boa Vista, verifica-se que existe variação na composição química e mineralógica. Em relação as argilas nacionais e importadas observa-se que as argilas bentoníticas do Estado da Paraíba apresentam elevados teores de impurezas como quartzo, ferro e carbonatos, comprometendo em muito sua aplicação industrial, principalmente em usos mais nobre como nanocompósitos para indústria polimerica, farmaceutica e cosmética.

Através de análise de difração de raios - X foi observado que não existe diferença significativa na composição mineralógica das argilas bentoníticas originárias dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego, bem como que existe diferença significativa na composição mineralógica das argilas bentoníticas originárias dos Municípios de Pedra Lavrada e Sossego, comparativamente com as argilas oriundas do Município de Boa Vista.

Os testes de ANOVA e Tukey mostraram que não existe diferença significativa nos valores da distribuição granulométrica e no diâmetro médio das partículas das argilas bentoníticas originárias dos Municípios de Pedra Lavrada, Sossego e Boa Vista.

Destaque-se a utilização do programas estatísticos como ferramenta fundamental para o estudo comparativo da caracterização física, química e mineralógica das argilas.

CAPÍTULO 6

6.0. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ⇒ Estudo de correlação das amostras com maior número de repetições.
- ⇒ Ampliar o estudo para outros depósitos de argila no Estado da Paraíba.
- ⇒ Correlacionar os resultados com as características dos solos das regiões analisadas.

REFERENCIAS

- ABDOU, M. I. e EL-SAYED AHMED, H. Effect of Particle Size of Bentonite on Rheological Behavior of the Drilling Mud. *Petroleum Science and Technology*, v. 29, p. 2220-2233, 2011.
- ABDOU, M. I.; AL-SABAGH , A.M.; DARDIR, M.M. Evaluation of Egyptian bentonite and nano-bentoniteas drilling mud. *Egyptian Journal of Petroleum*. v. 22, p 53-59, 2013.
- ABU-JDAYIL, B. Rheology of sodium and calcium bentonite–water dispersions: Effect of electrolytes and aging time. *Journal of Mineral Processing*, v. 98,p. 208-213, 2011.
- AMORIM, L. V.; PEREIRA, E.; GOMES, C. M.; VIANA, J. D.; FARIAS, K. V.; BARBOSA, M. I. R.; FRANÇA, K. B.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C. Aditivos poliméricos como fator de proteção e reabilitação de fluidos hidroargilosos. *Revista Águas Subterrâneas*, n. 18, 2004.
- AMORIM, L. V.; VIANA, J. D.; FARIAS, K. V.; BARBOSA, M. I. R.; FERREIRA, H. C.; Estudo comparativo entre variedades de argilas bentoníticas de Boa Vista, Paraíba. *Revista Matéria*, v. 11, n. 1, p. 30-40, 2006.
- ANDERSON, R. L.; RATCLIFFE, I.; GREENWELL, H. C.; WILLIAMS, P. A.; CLIFFE, S.; COVENEY, P. V. Clay swelling - A challenge in the oilfield. *Earth-Science Reviews*, v. 98, p. 201–216, 2010.
- ANUNZIATA, O. A.; CUSSAA, J. Apply of Response Surface Design to the Optimization of Methane Activation with Ethane *over Zn-H-ZSM-11 Zeolite*. *Chemical Engineer ing Journal*, 138(1-3): 510-516. 2008
- ARANDA, M.; JUNG, C.; CATEN, C. Aplicação do projeto de experimentos para otimização de uma inovação tecnológica, *Revista Gestão Industrial*. v. 4, n. 2, p.116-132, 2008.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E., Planejamento e Otimização de Experimentos, Editora UNICAMP: Campinas, 1995.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E.; *Química Nova* , 29, 1401, 2006.
- BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S.; HUNTER, H. G.; *Statistics for Experimenters*, John Wiley: New York, 1978.
- CALADO, V.; MONTGOMERY, D.; Planejamento de Experimento usando o Statistica, Ed.-e- papers: Rio de Janeiro, 2003.

CARDOSO, M. A. F.; CHAVES, A. C.; DANTAS, M. M.; SILVA, I. A.; PEREIRA, I. D. S.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Particlesize study of smectite clays from the city of Pedra Lavrada-PB. *Materials Science Forum Vols. 775-776*, p. 377-382, 2014.

CASTILLO, F. Split-Split-Plot Experimental Design in a High-Throughput Reactor. *Quality Engineering*, 2010; 22: 328-335.

COOK, C.A. Design of Experiments: A Single Experiment or Sequential Learning. *Quality Progress*, 40(3):71. 2007.

COSTA, J. M. R.; SILVA, I. A.; FERREIRA, H. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.;

DNPM, Departamento Nacional de Produção Mineral. Anuário Mineral Brasileiro, Bentonita, 2009.

DNPM, Departamento Nacional de Produção Mineral. Anuário Mineral Brasileiro, Bentonita, 2012.

FARIAS, K. V.; AMORIM, L. V.; LIRA, H. L. Desenvolvimento de fluidos aquosos para aplicação em perfuração de poços de petróleo – Parte I. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.4, p. 14-25, 2009.

FERREIRA, H. S.; MENEZES, R. R.; MARTINS, A. B.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Análise da influência do tratamento de purificação no comportamento de inchamento de argilas organofílicas em meios não aquosos. *Cerâmica*, n. 54, p. 77-85, 2008.

FERREIRA, H. S.; CAMPOS, L. F. A.; MENEZES, R. R.; CARTAXO, J. M.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Influência das variáveis de processo na obtenção de argilas organofílicas. *Cerâmica* 59 (2013) 277-284.

FIGUEIRÊDO, J. M. R.; ARAÚJO, J. P.; SILVA, I. A.; CARTAXO, NEVES, J. M.; G. A.; FERREIRA, H. C. Purified Smectite Clays organophilized with Ionic Surfactant for Use in Oil-based Drilling Fluids. *Materials Science Forum Vols. 798-799*, pp 21-26, 2014.

FIGUEIRÊDO, J. M. R.; CARTAXO, J. M.; SILVA, I. A.; SILVA, C. D.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Purification of Bentonite clays from Cubati, PB, Brazil, for Diversified Applications. *Materials Science Forum Vol. 805*, p. 486-491, 2015.

HAIR JR, J.F.; ANDERSON, R.E.; TATHAM, R.L.; BLACK, W.C. Análise Multivariada de Dados. 5ª ed., Porto Alegre, Bookman, 138-600 p. 2005.

HANNA, R. A., LAGE M., SANTOS P. S., COELHO A. C. V. Propriedades reológicas das bentonitas de Franca-SP com a adição de polieletrólitos. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, PR, BRASIL, 2006.

KARIMI, L.; SALEM, A. Analysis of bentonite specific surface area by kinetic model during activation process in presence of sodium carbonate. *Microporous and Mesoporous Materials* 141 (2011) 81–87.

KARAGÜZEL, C.; ÇETINEL A, T.; BOYLUB, F.; ÇINKUC, K.; ÇELIK, M.S. Activation of (Na, Ca)-bentonites with soda and MgO and their utilization as drilling mud. *Applied Clay Science*, v. 48, p. 398–404, 2010.

KOK, M. V.; İŞCAN, A. G. Effect of Carboxy Methyl Cellulose and Determination of Pore Throat Criteria for Water-based Drilling Fluids. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*. v. 31, n. 5, 2009.

LIRA, L.M.; DORNELAS, C.B.; CABRAL, L.M. Avaliação de bentonita sódica Purificada e bentonita sódica intercalada como promotores de dissolução de clorpropamida em comprimidos preparados por granulação úmida e compressão direta. *Rev. Ciênc. Farm. Básica Apl.*, v. 29, n.2, p. 149-158, 2008.

MARTINS, A. B. Uso de um hidrociclone para purificação de esmectíticas. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, 2009.

MENEZES, R. R.; CAMPOS, L. F. A.; FERREIRA, H. S.; MARQUES, L. N., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C. Estudo do comportamento reológico das argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil. *Cerâmica*, v. 55, p. 349-355, 2009a.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; KIMINAMI, R. H. G. A.; FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: Caracterização física-mineralógica. *Cerâmica*, v. 55, n. 334, p. 163, 2009b.

MENEZES, R. R.; MARQUES, L. N.; CAMPOS, L. A.; FERREIRA, H. S.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A. Use of statistical design to study the influence of CMC on the rheological properties of bentonite dispersions for water-based drilling fluids, *Applied Clay Science*, 2010.

MINITAB SOFTWARE - STATISTICAL SOFTWARE – Data Analysis Software. Version 17.0, 2014.

MONTGOMERY, D. C.; RUGER, G. C. 2003. *Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros*, 2a ed., LTC Editora, São Paulo, 463 p.

MONTGOMERY, D. C., 1996. *Design and Analysis of Experiments*, 4a ed., New York, John Wiley & Sons, 703 p.

MONTGOMERY, D. C., 2001. *Design and Analysis of Experiments*, 5 ed., New York, John Wiley & Sons, 684 p.

NASCIMENTO, R. C. A. M.; AMORIM, L. V.; SANTANA, L. N. L. Desenvolvimento de fluidos aquosos com bentonita para perfuração de poços de petróleo onshore. *Revista Cerâmica*. v. 56, p. 179-187, 2010.

NASCIMENTO, R. C. A. M.; COSTA, A. C. A.; AMORIM, L. V., Desempenho de fluidos argilosos envelhecidos termicamente. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.7, n.3, p. 205–214, 2012.

NASCIMENTO, R. C. A. M.; AMORIM, L. V.; MAGALHAES, J. Influence of thermal aging on the differential sticking coefficient of bentonite clay and water based drilling fluids with polymer and lubricant additives. *Journal of Materials Science and Engineering with Advanced Technology*, v. 5, p. 71-95, 2012.

OLIVEIRA, P.L.; FIGUEIRÊDO, J. M. R.; CARTAXO, J. M.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Influence of Hydrocycloning Pressure on the Purification of Bentonite. *Materials Science Forum Vols. 798-799*, p. 55-60, 2014.

PALLÚ, E., 2005. *Otimização Experimental da Purificação do Ácido Fosfórico por Extração Líquido-Líquido*. Curitiba, PR. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, 102p.

PEREIRA, I. D. S.; LISBOA, V. N. F.; SILVA, I. A.; FIGUEIRÊDO, J. M. R.; NEVES, G. A.; MENEZES, R. R. Bentonit e clays from sossego, paraíba, brazil: physical and mineralogical characterization. *Materials Science Forum Vols. 798-799*, p. 50-54, 2014.

PEREIRA, I. D. S.; SILVA, I. A.; CARTAXO, J. M.; MENEZES, R. R.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Estudos de caracterização dos novos depósitos de argilas esmectíticas do Município de Sossego, PB *Cerâmica* 60, p. 223-230, 2014.

SANTOS, W. J. *Materials Characterization Techniques: Applications and Features*. Scientia Plena, v. 5, n. 6, 2009.

SANTOS, M. B. Perfuração de poços de petróleo: fluidos de perfuração. Bolsista de Valor: *Revista de divulgação do Projeto Universidade Petrobras e IF Fluminense*. v. 2, n. 1, p. 121-127, 2012.

SILVA, A. R. V.; FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, síntese, usos industriais e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 3, n. 2, p. 26-35, 2008.

SILVA, M. M.; PATRÍCIO, A. C. L.; LIMA, W. S.; LABORDE, H. M.; RODRIGUES, M. G. F. Preparação e avaliação da argila verde organofílica usando diferentes concentrações de surfactante catiônico visando seu uso na separação óleo/água. *Scientia Plena*, v. 7, n. 9, 2011.

SILVA, I. A.; COSTA, J. M. R.; FERREIRA, H. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Organofilização de argilas bentoníticas com tensoativos não- iônicos visando seu uso em fluidos de perfuração base óleo. *Cerâmica*, v. 58, p.317-327,2012.

SILVA, I.A.; COSTA, J. M. R.; MENEZES,R.R.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G A.; FERREIRA, H. C. *Studies of new occurrences of bentonite clays in the State of Paraíba for use in water based drilling fluids*. REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto, 66(4), p. 485-491, 2013.

SOUZA SANTOS, P. Tecnologia de Argilas. Editora Edgard Blücher Ltda, v. 1 e v. 3, São Paulo, 1992.

TAGUCHI, G; KONISHI, S. 1987. *Orthogonal Array and Linear Graphs*. American Supplier Institute, 1987.

TEHANI, M. A. Water-based drilling fluid for HP/HT applications.SPE, 2007.

TONNESEN, D. A.; BERTOLINO, L. C.; LUZ, A. B.; SILVA, F. T.; TIMÓTEO, D. M. O. Caracterização mineralógica e beneficiamento das bentonitas da região de Cubati e Pedra Lavrada - PB. *HOLOS*, v.1, 2012.

ZANINI, A. E.; EMBIRUÇU, M.; FERNANDES, P. C.; SILVA, S. M.L.; CARVALHO, L. H.. Purificação de uma argila bentonita usando a lei de stokes. 9º Congresso Brasileiro de Polímero,CampinaGrande,PB, Outubro de 2007.

ZANINI, A. E.; EMBIRUÇU, M.; SANTOS, I. T. Q. P.; CARVALHO, L. H.; COSTA, A., C.; PASSOS, M. Seleção e purificação de argilas bentoníticas para obtenção de nanocompósitos poliméricos: separação por fluxo cruzado. V Congresso Nacional de Engenharia Mecânica - CONEM, 2008.