

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

PURIFICAÇÃO DE ARGILAS BENTONÍTIICAS DE NOVOS DEPÓSITOS DO
MUNICÍPIO DE PEDRA LAVRADA – PB, PARA USO EM FLUIDOS DE
PERFURAÇÃO

Mirtys Allamana Ferreira Cardoso

Campina Grande
Julho/2013

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

**PURIFICAÇÃO DE ARGILAS BENTONÍTIICAS DE NOVOS DEPÓSITOS DO
MUNICÍPIO DE PEDRA LAVRADA – PB, PARA USO EM FLUIDOS DE
PERFURAÇÃO**

Mirtys Allamana Ferreira Cardoso

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

Orientador: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves

Co-orientador: Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira

Agência Financiadora: CNPq

Campina Grande

Julho/2013

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

C268p Cardoso, Mirtys Allamana Ferreira.

Purificação de argilas bentoníticas de novos depósitos do município de Pedra Lavrada - PB, para uso em fluidos de perfuração / Mirtys Allamana Ferreira Cardoso. -- Campina Grande, 2013.

67 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro Ciências e Tecnologia, 2013.

"Orientação: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves, Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira.

Referências.

1. Argilas Esmectíticas. 2. Fluidos de Perfuração. 3. Purificação. 4. Hidrociclonagem. I. Neves, Gelmires de Araújo. II. Ferreira, Heber Carlos. III. Título.

CDU 691.4(043)

VITAE DA CANDIDATA

Engenheira de Materiais pela UFCG (2010).

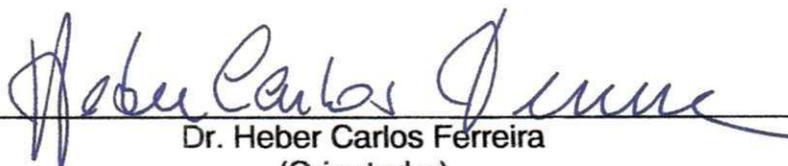
PURIFICAÇÃO DE ARGILAS BENTONÍTIICAS DE NOVOS DEPÓSITOS DO
MUNICÍPIO DE PEDRA LAVRADA – PB, PARA USO EM FLUIDOS DE
PERFURAÇÃO.

MIRTYS ALLAMANA FERREIRA CARDOSO

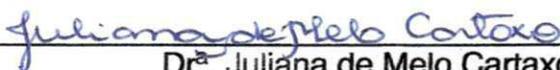
Dissertação Aprovada em 03/07/2013 pela banca examinadora constituída dos
seguintes membros:



Dr. Gelmires de Araújo Neves
(Orientador)
UAEMa/UFCG



Dr. Heber Carlos Ferreira
(Orientador)
UAEMa/UFCG



Dr. Juliana de Melo Cartaxo
(Examinadora Externa)
Pesquisadora da UFCG



Dr. Heber Sivini Ferreira
(Examinador Externo)
UFPB

Dedico esta dissertação a minha mãe, irmãos e amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus.

A minha família, mãe e irmãos, por toda uma vida de luta, exemplo de vida, força e dedicação.

Agradeço aos meus orientadores, Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves e Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira, por todo conhecimento transmitido, orientação e apoio necessários para o desenvolvimento do meu trabalho.

A coordenação de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

A Kegenaldo, Wilma e Fernando por toda contribuição acadêmica.

A Ivna, Wherllyson, Isabelle Albuquerque, Juliana Melo, Josileido, Flavinha, Juliana Marques, Mísia, Valmir, Danúbia, e todos os demais colegas e amigos de laboratório que sempre me apoiaram, me deram força e incentivo para a concretização do meu trabalho.

A todos os meus amigos, familiares e namorado que me apoiaram e me apoiam sempre.

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

A Empresa GEMINEX Minérios Industriais pelo material cedido para esta pesquisa.

Enfim, agradeço a todas que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho, e que estão sempre ao meu lado, me incentivando e apoiando em todos os momentos da minha vida.

RESUMO

O estado da Paraíba dispõe de um dos maiores depósitos de bentonita do país. Onde as principais reservas até bem pouco tempo concentravam-se no município de Boa Vista-PB. Recentemente foram descobertos novos jazimentos nas regiões de Cubatí e Pedra Lavrada-PB, propiciando assim, uma expectativa de ampliação de insumos minerais na região. Visando potencializar a utilização dessas argilas como componente mineral nos fluidos de perfuração, este trabalho teve como objetivo estudar a purificação por hidrociclonagem de argilas bentoníticas do município de Pedra Lavrada – PB, para uso em fluidos de perfuração base água. As argilas naturais (antes da purificação) foram submetidas ao processo de beneficiamento, e em seguida determinadas as propriedades físicas-mineralógicas e as propriedades reológicas. Posteriormente, as argilas foram purificadas por hidrociclonagem, onde as argilas ficaram em repouso por períodos de 7, 14, 21 e 28 dias antes do processo de purificação, a fim de se avaliar a influência da hidratação das argilas nesse tipo de processo. As amostras purificadas foram caracterizadas e determinadas suas propriedades reológicas. Os resultados obtidos evidenciaram que as argilas estudadas são compostas por esmectítica, caulinita e quartzo, e os ensaios reológicos das argilas naturais não mostraram resultados satisfatórios para uso em fluidos base água. Porém, após purificação, a fração argila das amostras aumentou consideravelmente e a fração areia foi totalmente eliminada; as propriedades reológicas das argilas purificadas melhoraram com relação às argilas naturais, comprovando a eficácia do processo de purificação por hidrociclonagem. Com relação ao tempo de hidratação, não houve influência considerável nas propriedades reológicas das amostras, entretanto, os resultados de granulometria, de uma forma geral, foram melhores para as amostras com 14 dias de hidratação. As argilas purificadas apresentaram resultados promissores para uso em fluidos de perfuração base água.

Palavras-chave: argilas esmectíticas, fluidos de perfuração, purificação, hidrociclonagem.

ABSTRACT

The state of Paraíba has one of the largest deposits of bentonite in the country. Where the main reserves until recently, were concentrated in city of Boa Vista. Recently were discovered new bentonite deposits in the regions of Cubati and Pedra Lavrada - PB, thereby providing an expectation of ampliation of mineral insumes in the region. To potentiate the use of these clays as mineral component in drilling fluids, this work aims to study the purification of bentonite clays of the city of Pedra Lavrada, by hidrocycloning, for use in water-based drilling fluids. The natural clays (before purification) were subjected to the beneficiation process, then determined the physical-mineralogical properties and the rheological properties. Subsequently, the clays were purified by hydrocycloning, where the clays were to stand for varying periods of 7, 14, 21 and 28 days before the purification process, in order to evaluate the influence of the hydration of clays in this tipe of process. The purified samples were characterized and determined their rheological properties. The results showed that the clays are composed of smectite, kaolinite and quartz. And the rheological tests of natural clays were not satisfactory for use in water-based fluids. However, after purification, the clay fraction of the samples increased considerably and the sand was completely eliminated; the rheological properties of purified clays improved with respect to the natural clays, proving the effectiveness of the purification process by hydrocycloning. With regard to the days of resting, there was no influence on the rheological properties of the samples, however, the results of granulometry, in general, were better for the samples with 14 days of rest. The purified clays have shown promissing for use in water-base fluids.

Keywords: smectite clays, drilling fluids purification, hydrocycloning.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	i
RESUMO.....	ii
ABSTRACT.....	iii
SUMÁRIO.....	iv
LISTA DE TABELAS.....	vi
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	x

Capítulo 1

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivo geral.....	3
1.2 Objetivos específicos.....	3

Capítulo 2

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 Argilas bentoníticas.....	4
2.2 Classificação das argilas bentoníticas.....	6
2.3 Reservas e produção de bentonitas.....	7
2.4 Fluidos de perfuração.....	10
2.5 Purificação por hidrociclonagem.....	13
2.5.1 Hidrociclone.....	13

Capítulo 3

3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
3.1 Materiais.....	19
3.2 Metodologia.....	21
3.2.1 Beneficiamento.....	22
3.2.2 Caracterização.....	22
3.2.2.1 Análise granulométrica por difração de laser (AG).....	23
3.2.2.2 Análise química por fluorescência de raios X (EDX).....	23
3.2.2.3 Difração de raios X (DRX).....	24
3.2.2.4 Análise térmica diferencial e termogravimétrica (ATD e TG).....	24
3.2.2.5 Capacidade de troca de cátions e área específica (CTC e AE).....	25
3.2.3 Purificação das Argilas.....	25

3.2.4 Propriedades reológicas.....	26
Capítulo 4	
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	28
4.1 Caracterização das argilas naturais (antes da purificação).....	28
4.2 Caracterização das argilas purificadas e comparação com as amostras naturais.....	36
Capítulo 5	
5 CONCLUSÕES.....	60
Capítulo 6	
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	62
Capítulo 7	
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Reserva e Produção mundial.....	8
Tabela 2.2 Requisitos da norma Petrobrás EP-1EP-00011-A (2011).....	12
Tabela 3.1 Denominação utilizada no contexto do trabalho para as amostras naturais (antes da purificação) e designação utilizada pelos fornecedores no município de Pedra Lavrada – PB.....	19
Tabela 3.2 Denominação e descrição utilizada no contexto do trabalho para as amostras purificadas.....	20
Tabela 4.1 Composição granulométrica por tamanho de partículas das amostras estudadas.....	28
Tabela 4.2 Composições químicas das amostras estudadas naturais (antes da purificação).....	29
Tabela 4.3 Capacidade de troca de cátions das amostras estudadas.....	33
Tabela 4.4 Área específica das amostras estudadas.....	33
Tabela 4.5 Resultados das propriedades reológicas das amostras naturais (antes da purificação).....	35
Tabela 4.6 Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM1 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.....	37
Tabela 4.7 Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM2 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.....	38
Tabela 4.8 Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM3 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.....	39
Tabela 4.9 Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM4 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.....	40
Tabela 4.10 Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM5 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.....	41
Tabela 4.11 Composições químicas da amostra AM1 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.....	42

Tabela 4.12 Composições químicas da amostra AM2 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.....	42
Tabela 4.13 Composições químicas da amostra AM3 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.....	43
Tabela 4.14 Composições químicas da amostra AM4 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.....	43
Tabela 4.15 Composições químicas da amostra AM5 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.....	44
Tabela 4.16 Resultados das propriedades reológicas das amostras AM1 purificadas.....	49
Tabela 4.17 Resultados das propriedades reológicas das amostras AM2 purificadas.....	51
Tabela 4.18 Resultados das propriedades reológicas das amostras AM3 purificadas.....	53
Tabela 4.19 Resultados das propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.....	55
Tabela 4.20 Resultados das propriedades reológicas das amostras AM5 purificadas.....	57

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Estrutura da argila esmectítica.....	5
Figura 2.2. Localização da área de estudo.....	9
Figura 2.3. Esquema típico de um hidrociclone e princípio de seu funcionamento.....	14
Figura 2.4. Fluxo no interior de um hidrociclone.....	15
Figura 2.5. Diagramas ilustrativos de três formas de descarga do <i>underflow</i> do hidrociclone.....	17
Figura 3.1. Fluxograma das etapas da pesquisa.....	21
Figura 3.2: Granulômetro à laser CILAS 1064.....	23
Figura 3.3: Equipamento XRD 6000 da Shimadzu.....	24
Figura 3.4: Hidrociclone utilizado.....	25
Figura 3.5: Representação esquemática do hidrociclone utilizado.....	26
Figura 4.1. Distribuição granulométrica das argilas naturais.....	28
Figura 4.2. DRX das argilas naturais.....	30
Figura 4.3. Análises termogravimétricas e termodiferenciais da argila AM1.....	31
Figura 4.4. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas AM2 (a) e AM3 (b).....	31
Figura 4.5. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas AM4 (a) e AM5 (b).....	32
Figura 4.6. Propriedades reológicas das amostras naturais.....	34
Figura 4.7. Distribuição granulométrica da argila AM1 purificada.....	36
Figura 4.8. Distribuição granulométrica da argila AM2 purificada.....	37
Figura 4.9. Distribuição granulométrica da argila AM3 purificada.....	38
Figura 4.10. Distribuição granulométrica da argila AM4 purificada.....	39
Figura 4.11. Distribuição granulométrica da argila AM5 purificada.....	40
Figura 4.12. DRX das argilas purificadas para os diferentes dias de repouso e comparação com as amostras naturais.....	45
Figura 4.13. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM1 purificadas para os diferentes dias de repouso.....	46
Figura 4.14. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM2 purificadas para os diferentes dias de repouso.....	47

Figura 4.15. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM3 purificadas para os diferentes dias de repouso.....	47
Figura 4.16. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM4 purificadas para os diferentes dias de repouso.....	47
Figura 4.17. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM5 purificadas para os diferentes dias de repouso.....	48
Figura 4.18. Propriedades reológicas das amostras AM1 purificadas.....	50
Figura 4.19. Propriedades reológicas das amostras AM2 purificadas.....	52
Figura 4.20. Propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.....	54
Figura 4.21. Propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.....	56
Figura 4.22. Propriedades reológicas das amostras AM5 purificadas.....	58

LISTA DE SÍMBOLOS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
AE – Área específica
AG – Análise granulométrica por difração de laser
ATD – Análise térmica diferencial
C – Caulinita
cP – Centipoise
CTC – Capacidade de troca de cátions
Da – Duto de alimentação
DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral
Do – Duto do *overflow*
DRX – Difração de raios X
E – Esmectita
EDX – Análise química por fluorescência de raios X
meq - Miliequivalente
Na₂CO₃ – Carbonato de sódio
PF – Perda ao fogo
Q – Quartzo
TG – Análise termogravimétrica
VA – Viscosidade aparente
VP – Viscosidade plástica
θ – Deflexão, grau
µm - Micrômetro

1. INTRODUÇÃO

As reservas brasileiras de bentonita correspondem a aproximadamente 83 milhões de toneladas, sendo os principais depósitos nos estados da Paraíba, São Paulo, Bahia e Piauí. O Estado da Paraíba é um dos maiores produtores, onde cerca de nove empresas atuam no município de Boa Vista-PB, no processo de beneficiamento (BERTOLINO *et al.*, 2010). Mas devido a exploração mal planejada suas reservas estão exaurindo. Entretanto, recentemente foram descobertos novos depósitos de argilas na região de Cubatí e Pedra Lavrada, propiciando assim, uma expectativa de ampliação do volume desse insumo mineral para uso em diversas aplicações industriais.

Dentre essas aplicações merece destaque uso das argilas esmectíticas para uso como viscosificante mineral nos fluidos de perfuração de poços de petróleo (PORTO & ARANHA, 2010). Sendo a bentonita o segundo insumo mineral mais usado na formulação de fluidos de perfuração de petróleo devido, principalmente, às suas excelentes propriedades reológicas (TONNESEN *et al.*, 2010). Pesquisas com argilas esmectíticas dos novos depósitos do Estado da Paraíba para uso em fluidos de perfuração tiveram início no ano 2009, e atualmente estão em fases preliminares, podendo destacar dentre eles os trabalhos de: Menezes *et al.* (2009a) avaliou o comportamento reológico das argilas bentoníticas de Cubatí, PB, para uso em fluidos de perfuração de poços de petróleo base água. Os resultados evidenciaram que cada amostra apresenta um teor ótimo de carbonato de sódio e que as dispersões argila-água possuem um comportamento pseudo-plástico e tixotrópico, e potencial para utilização como agentes viscosificantes para fluidos de perfuração. Costa *et al.* (2010) caracterizou algumas amostras de argilas esmectíticas de Cubatí, PB, visando o desenvolvimento de argilas organofílicas, para uso em fluidos de perfuração base óleo. Os resultados evidenciaram que as argilas apresentaram em sua composição mineralógica esmectita, caulinita e quartzo. Em relação a organofilização os melhores resultados foram para as argilas organofilizadas com o tensoativo Preapagen WB. Silva *et al.* (2011) estudou argilas esmectíticas do município de Pedra Lavrada, PB para uso em fluidos de

perfuração base água. Os resultados obtidos evidenciaram que as amostras estudadas apresentaram na sua composição mineralógica esmectita, caulinita e quartzo. Em relação às propriedades reológicas verificou-se que as amostras estudadas apresentaram características promissoras para uso em fluidos de perfuração base água.

As argilas esmectíticas dos depósitos do Estado da Paraíba apresentam em sua composição elevados teores de minerais acessórios, principalmente quartzo, cristobalita, micas e feldspatos, não importando qual seja a origem geológica, sendo, portanto necessário para melhorar seu desempenho frente aos usos industriais, passar por um processo de purificação. A hidrociclonagem pode representar uma ferramenta bastante eficiente e de custo acessível para a purificação de argilas naturais em escala industrial, separando-se as frações mais grosseiras, relativas à presença principalmente de minerais acessórios, das frações mais finas, constituídas pelos argilominerais. Seu uso vem sendo empregado de maneira diversificada nas indústrias química, metalúrgica, têxtil, petroquímica, de alimentos, de bioengenharias, etc. (MARTINS, 2007). Alguns trabalhos de purificação com argilas esmectíticas do Município de Boa Vista, PB, foram realizados com destaque: Martins (2009) estudou amostras de argilas bentoníticas provenientes de jazidas de Boa Vista, PB, com o objetivo de purificar e definir o melhor dimensionamento do hidrociclone. Os resultados evidenciaram que as separações granulométricas se tornam mais eficaz a cada ciclo de purificação, porém o rendimento em volume após cada ciclo é bastante reduzido, o que torna ciclos de purificação posteriores indesejáveis. Ferreira *et al.* (2008) estudou a purificação de argilas bentoníticas do Município de Boa Vista-PB, pelo método de sedimentação. Os resultados mostraram que o processo de purificação foi eficiente na redução de impurezas presentes nas argilas esmectíticas principalmente quartzo.

Pretende-se estudar neste trabalho a purificação de argilas esmectíticas do Município Pedra Lavrada, PB, visando seu uso em fluidos de perfuração base água.

1.1 Objetivo Geral

O objetivo principal desta pesquisa foi estudar a purificação de novas ocorrências de argilas esmectíticas do Município de Pedra Lavrada, PB, para uso em fluidos de perfuração base água. As argilas foram estudadas no estado natural e após purificação por hidrociclonagem, em seguida, determinadas suas propriedades reológicas para uso em fluidos base água.

1.2 Objetivos Específicos

Para atingir o objetivo geral faz-se necessário:

- caracterizar física e mineralogicamente as argilas naturais, e purificadas por hidrociclonagem;
- transformar as argilas policatiônicas antes e após purificação em sódicas;
- determinar as propriedades reológicas das argilas naturais e purificadas;
- comparar os resultados obtidos para os diferentes tempos de hidratação antes da purificação;
- avaliar se as propriedades reológicas, tanto das amostras naturais como das amostras purificadas, estão de acordo com as normas da Petrobrás para uso em fluidos de perfuração base água.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Argilas Bentoníticas

O termo bentonita foi derivado da localização do primeiro depósito comercial de uma argila plástica nos Estados Unidos. Essa argila apresentou a propriedade de aumentar várias vezes o seu volume inicial na presença de umidade. Em 1897, Knight reportou que desde 1888 William Taylor comercializava uma argila peculiar encontrada em Fort Benton, Wyoming, EUA e propôs a denominação de taylorite, sugerindo em seguida "bentonita", uma vez que a primeira denominação já era utilizada (DARLEY & GRAY, 1988; SILVA & FERREIRA, 2008).

As argilas esmectíticas modernamente podem ser definidas como sendo uma argila plástica constituída essencialmente por um ou mais argilominerais (trifórmicos, di ou trioctaédricos) do grupo das esmectitas, especialmente a montmorilonita e por alguns minerais acessórios (principalmente quartzo, cristobalita, micas e feldspatos), não importando qual seja a origem geológica. Esses argilominerais são alumino-silicatos de sódio, cálcio, magnésio, ferro, potássio e lítio, que inclui: montmorilonita, nontronita, saponita, hectorita, sauconita, beidelita e volconsoíta, sendo frequentemente originada da alteração química de cinzas vulcânicas depositadas sobre lagos ou rios de baixa turbulência (SOUZA SANTOS, 1992; FERREIRA, 2009). Apresentam cores variadas, tais como: branco, cinza, amarelo, marrom, verde e azul (TONNESEN *et al.*, 2010).

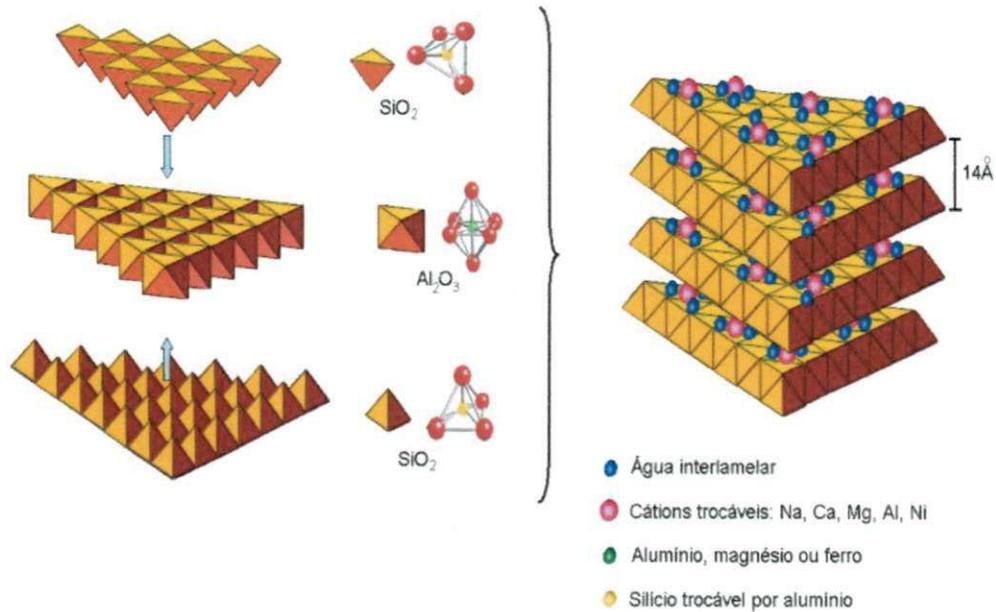


Figura 2.1. Estrutura da argila esmectítica
(FONTE: MARTINS *et al.*, 2007).

As esmectitas constituem uma classe de argilominerais com unidade estrutural em camadas do tipo 2:1 (Figura 2.1), que possuem carga superficial entre 0,2 e 0,6 positiva por fórmula unitária e apresentam inchamento (afastamento das lamelas) quando em presença de água. Além disso, existe forte potencial repulsivo na superfície das lamelas resultante do desbalanceamento elétrico gerado por substituições isomórficas (TONNESEN *et al.*, 2010).

Nas lamelas podem ocorrer substituições de íons por outros de diferente número de oxidação. Nos tetraedros, o íon Al^{3+} pode substituir o Si^{4+} , enquanto que nos octaedros os íons Mg^{2+} , Fe^{3+} e/ou Fe^{2+} podem substituir o Al^{3+} (GUNGOR, 2000; ARANHA *et al.*, 2007). Esse tipo de substituição provoca um desbalanceamento elétrico que é compensado por cátions, como Na^+ e Ca^{2+} , que se posicionam entre as lamelas e são intercambiáveis, dando origem às denominações sódica e cálcica das bentonitas. Contribuindo para o aumento da distância entre as camadas quando em presença de água (ARANHA *et al.*, 2007; TONNESEN *et al.*, 2010).

As esmectitas possuem a capacidade de trocar os cátions fixados na sua superfície (devido ao desbalanceamento de carga nas arestas das partículas) e entre as lamelas (devido às substituições isomórficas nas folhas dos tetraedros e octaedros) sem sofrer modificação na estrutura cristalina. A

capacidade de troca de cátions (CTC) das esmectitas varia de 80 a 150meq/100g, sendo superior à maioria dos demais argilominerais que normalmente não ultrapassa 40meq/100g de argila seca (SOUZA SANTOS, 1992; TONNESEN *et al.*, 2010).

Em dispersão aquosa, as moléculas de água podem penetrar entre as lamelas de argila, até separá-las por completo. A ligação fraca entre as camadas é o principal motivo para o elevado grau de substituição isomórfica (SOUZA SANTOS, 1992; SILVA & FERREIRA, 2008).

2.2. Classificação das argilas bentoníticas

A bentonita pode ser cálcica ou sódica, e apresenta uma característica física muito particular: expande várias vezes o seu volume quando em contato com água, formando géis tixotrópicos (SOUZA SANTOS, 1992; SILVA & FERREIRA, 2008).

De acordo com os cátions trocáveis presentes na argila, tem-se que as argilas esmectíticas podem ser homocatiônicas ou policatiônicas.

- Homocatiônicas: é quando há predominância de um tipo de cátion trocável, como o sódio ou cálcio;
- Policatiônicas: quando há predominância de mais de um tipo de cátion trocável, como sódio, cálcio, magnésio, potássio e outros que podem estar presentes neste tipo de bentonita em teores equivalentes.

Quanto ao uso industrial podem ser classificadas em argilas que incham em presença de água e que não incham em presença de água.

- Argilas que incham em presença de água: são geralmente as que o sódio é o cátion interlamelar preponderante.
- Argilas que não incham em presença de água: são geralmente as policatiônicas ou preponderantemente cálcicas (VALENZUELA DÍAZ & SOUZA SANTOS, 1992; SILVA & FERREIRA, 2008; FERREIRA, 2009).

A bentonita, tendo o sódio como elemento dominante ou como um íon tipicamente trocável, apresenta uma alta capacidade de inchamento e tem as características de uma massa, quando adicionada água. Quando a bentonita

tem o cálcio como íon predominante, apresenta menor capacidade de inchamento. As bentonitas sódicas/cálcicas, denominadas mistas, incham de forma moderada e formam géis de menor volume do que as bentonitas sódicas. Dessa forma, as bentonitas podem ser classificadas como de alto inchamento ou sódica, baixo inchamento ou cálcica e de moderado inchamento ou tipo mista (LUZ & OLIVEIRA, 2005).

Quando as esmectitas policatiônicas são transformadas em bentonitas sódicas, sua capacidade de delaminação ou inchamento em água aumenta devido à adsorção contínua de várias camadas de moléculas de água (HANNA *et al.*, 2006).

Dentre os principais usos industriais da bentonita podemos citar: como viscosificante mineral nos fluidos de perfuração de poços de petróleo, aglomerantes de areia de moldagem usadas em fundição, pelotização de minério de ferro, absorvente sanitário para animais de estimação, descoramento de óleos, entre outros (AMORIM, 2003; CAMPOS 2007).

2.3. Reservas e Produção de Bentonitas

A bentonita, por ser utilizada para diversas aplicações industriais, tem sua dinâmica de demanda/oferta profundamente afetada pelo desempenho econômico dos setores produtivos que a utilizam como insumo e, conseqüentemente, depende do desempenho econômico dos países consumidores. A produção mundial de bentonita em 2010 aumentou em 8,87%. Esse aumento revela uma recuperação dos consumidores desse bem mineral em relação à crise iniciada em 2008, que causou diminuição no consumo e na produção no ano de 2009. A Tabela 2.1 apresenta a produção mundial de bentonita.

Tabela 2.1. Reserva e Produção mundial

Discriminação	Reservas (10 ³ ton)	Produção (ton)		
		2009(r)	2010(p)	%
Países	2010(p)			
Brasil(1)	31.388	217.926	326.428	3,17%
Estados Unidos(2)	As reservas mundiais de Bentonita são abundantes.	3.650.000	4.000.000	38,87%
Grécia(3)		845.000	860.000	8,36%
Turquia		1.000.000	1.050.000	10,20%
Itália		146.000	150.000	1,46%
Alemanha(2)		350.000	380.000	3,69%
Outros países		3.432.000	3.525.000	34,25%
TOTAL		nd	9.640,926	10.291.428

Fontes: DNPM/DIPLAM e *USGS-Mineral Commodity Summaries 2011* –
 Notas: (1) Reservas incluem somente a reserva lavrável e o dado para produção compreende apenas a bentonita beneficiada (bentonita moída seca + bentonita ativada); (2) Produção substituída pelas vendas apuradas do produto; (3) Produção abarca apenas a bentonita bruta; (ton) toneladas; (p) preliminar; (r) revisado; nd: dados não disponíveis.

A produção de bentonita bruta no Brasil em 2010 aumentou sensivelmente, alcançando um patamar de 531.696ton. Isso representa um aumento de produção de 101,2% em comparação com o ano anterior. Do total produzido, a Paraíba produziu 79,34%, a Bahia produziu 15,12% e São Paulo produziu 4,69%.

Na produção beneficiada, a bentonita moída seca correspondeu a 34.804ton, o que representou um aumento de 20,76% em relação a 2009 e a bentonita ativada a 291.623ton, 54,21%, no mesmo período. A distribuição geográfica da produção de bentonita moída seca deu-se da seguinte forma: São Paulo com 87,0% do total e Paraná com 13,0%. Quanto à bentonita ativada, a Paraíba produziu 78% de toda a produção nacional e a Bahia, 22%.

As importações de bentonita foram de US\$-FOB 32.562.000 e 208.127ton em 2010. Isso representa um aumento de 75% no valor das importações e de 65% na quantidade exportada em relação a 2009. Este aumento nas importações evidencia o aumento no consumo aparente de bentonita e o crescimento das atividades nos setores consumidores. Os principais países de origem das importações de bens primários foram: Argentina (54%), Índia (27%), Grécia (14%); EUA (4%); para bens manufaturados: EUA (57%), Argentina (19%), China (14%), Indonésia (9%).

As exportações acompanharam a tendência de aumento das importações e da produção interna. As exportações de bentonita foram de 16.568ton e valor de US\$-FOB 9.363.000, o que representou uma variação de 18,37% na quantidade e 31,65% no valor exportado no ano base.

Do total produzido de bentonita bruta, no ano de 2010, foi informada pelas empresas a destinação de 99,5%. Sendo 79,3% para a extração de petróleo/gás. O estado da Paraíba foi o único destino do mineral bruto.

Também foi informada pelas empresas a destinação de 94,6% do total da produção de bentonita ativada que se distribuiu da seguinte forma: Espírito Santo com 40,77%, Minas Gerais com 25,68%, Santa Catarina com 16,8%, São Paulo com 15,30%, Paraíba com 0,97% e Rio de Janeiro com 0,48%. Os usos industriais da bentonita ativada se distribuíram entre: pelotização de minério de ferro com 60,62%, fundição com 25,97%, ração animal com 6,18%, extração de petróleo e gás com 3,55%, outros produtos químicos com 2,17%, construção civil com 1,14% e fertilizantes com 0.38% (SUMÁRIO MINERAL, 2011).

O Brasil não possui reservas de bentonita sódica e a produção, por conseguinte, somente pode ser obtida pela ativação da bentonita sódica (BRAZ, 2002, apud COELHO, 2010).

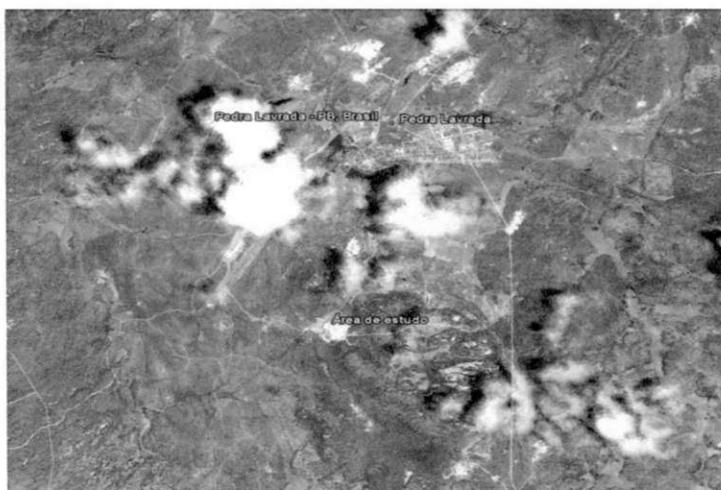


Figura 2.2. Localização da área de estudo. Fonte: Google Earth, coordenadas: 24 M, UTM: 779878.52 L/9251206.61S, altitude do ponto de visão: 6,03km. (FONTE: BERTOLINO *et al.*, 2010).

2.4. Fluidos de Perfuração

Fluidos de perfuração são definidos como fluidos que circulam no poço durante as operações de perfuração de poços de forma a viabilizarem o processo de perfuração (MARTINS, 2007).

Segundo Triggia *et al.* (2001), os fluidos de perfuração são composições de diferentes componentes sólidos, líquidos e produtos químicos, utilizados em perfurações de poços, em que cada um dos componentes é adicionado para acrescentar aos fluidos determinadas propriedades físico-químicas e reológicas, que devem ser cuidadosamente controladas de forma a garantir o bom desempenho desses fluidos durante a perfuração.

Os fluidos utilizados em cada etapa de perfuração são determinados de acordo com as necessidades do poço. A composição do fluido é selecionada de modo a obter as propriedades ideais, como viscosidade, consistência de gel, controle de filtrado, reboco, inibição de argilas hidratáveis e coeficiente de lubricidade (NASCIMENTO, 2010).

Os fluidos são comumente classificados de acordo com o componente principal que constitui a fase contínua. Podendo ser à base de óleo, ar ou água.

Os fluidos base ar (gás) são constituídos de um fluxo de ar ou gás natural injetado no poço a alta velocidade (DARLEY & GRAY, 1988 e LUMMUS & AZAR, 1986). Os fluidos a base de óleo são formados por uma emulsão na qual a fase contínua é um líquido não aquoso. As lamas a base de óleo surgiram com o intuito de melhorar algumas características operacionais das lamas a base de água (SANTOS & ARAÚJO, 2009). Os fluidos a base de óleo podem ser subdivididos em duas classes: os verdadeiros fluidos a base de óleo e as emulsões inversas. Os verdadeiros fluidos a base de óleo contém água, em concentração volumétrica à 5%, asfalto oxidado, ácidos orgânicos, álcalis, agentes de estabilização, óleo diesel ou óleo mineral não tóxico. As emulsões inversas podem conter até 50% em volume de água, que é dispersa em óleo através de um emulsificante especial (LUMMUS & AZAR, 1986).

Nos fluidos base água, cujo componente principal é a água, pode ser utilizada isoladamente ou estar parcial ou inteiramente saturada com uma série de aditivos, que consistem em substâncias dissolvidas como sais, ácidos, álcalis, álcoois ou polímeros e também sólidos em suspensão como argila

comercial, barita, argilas e folhelhos hidratáveis provenientes das formações geológicas que estão sendo perfuradas (FERRAZ, 1977).

Os fluidos base água são largamente aplicados em função de apresentar baixo custo, em comparação com os outros dois, além de atender às exigências básicas desejadas: estabilidade térmica, facilidade de bombeamento e tratamento, biodegradabilidade, resultando em menores impactos ambientais (MARTINS, 2007).

Dentre os fluidos aquosos, destacam-se os hidroargilosos e os levemente tratados, recomendados para perfuração de camadas rochosas superficiais, compostas na maioria das vezes de sedimentos inconsolidados. Em perfurações simples e pouco profundas um fluido constituído de água e argila bentonítica é adequado e em situações de difícil perfuração e/ou grandes profundidades é necessário um fluido mais elaborado, com introdução de um ou vários aditivos. O desenvolvimento de um fluido mais elaborado depende das propriedades finais desejadas. Nos fluidos hidroargilosos são utilizadas argilas bentoníticas sódicas com a finalidade de aumentar a viscosidade do meio e formar o reboco, camada de baixa permeabilidade formada na parede do poço para impedir as perdas por filtração (NASCIMENTO, 2010).

As propriedades reológicas mais importantes da bentonita são a viscosidade e a tixotropia. A bentonita pode ser usada como agente controlador de viscosidade de um fluido de perfuração, de modo a permitir uma maior eficiência no transporte de fragmentos de rochas para a superfície. Quanto às propriedades tixotrópicas, estas são de grande importância, pois permitem que a suspensão assumam uma estrutura gelatinosa quando em repouso. Isso é importante, nos fluidos de perfuração, porque impede o retorno dos fragmentos de rochas ao fundo do poço, em casos como a paralisação do bombeamento para a troca de broca de perfuração ou na colocação de novas colunas de perfuração (LUZ *et al.*, 2001; LUZ & OLIVEIRA, 2008; TONNESEN *et al.*, 2012).

O uso de bentonita nos fluidos de perfuração também está relacionado à ação lubrificante, sobre a broca e as tubulações, e à formação de uma camada de baixa permeabilidade nas paredes do poço (TONNESEN *et al.*, 2010). Desempenham uma série de funções essenciais dependentes diretamente das suas propriedades físicas e químicas, ou seja, densidade, viscosidade,

consistência do gel, controle de filtrado e reboco e inibição das argilas hidratáveis (BARBOSA *et al.*, 2007). Na Tabela 2.2, constam as especificações para uso de bentonita em fluidos de perfuração de poços de petróleo baseado na dispersão de 24,3g de argila em 500mL de água destilada (ARANHA, 2007).

Tabela 2.2. Requisitos da norma Petrobrás **EP-1EP-00011-A** (2011).

Características	Argila ativada	
	Mínimo	Máximo
Viscosidade aparente (cP)	15,0	-
Viscosidade plástica (cP)	4,0	-
Retido na peneira ABNT 75 μm (% peso)	-	4,0
Umidade (%)	-	14,0
Ph	-	10,0
Filtrado API (mL)	-	18,0

É conhecido que, para uso como viscosificante mineral na perfuração de poços de petróleo, as bentonitas devem apresentar um alto grau de inchamento, característica presente preferencialmente nas bentonitas do tipo sódica (JAMES *et al.*, 2008). O íon Na^+ tem maior facilidade de hidratação do que o Ca^{2+} . Além disso, quando as lamelas têm suas cargas compensadas pelo íon sódio, de menor valência, apresentam-se mais afastadas devido à menor energia de interação, de modo a permitir a penetração de uma maior quantidade de água no espaço entre as lamelas. Isso explica por que a capacidade de expansão da bentonita sódica é muito maior do que a do tipo cálcica. Para o uso de bentonitas do tipo cálcica e policatiônicas, predominantes no Brasil, deve-se realizar uma etapa denominada de ativação com barrilha (Na_2CO_3), onde os íons Ca^{2+} e outros são trocados por íons Na^+ . Esse processo foi desenvolvido e patenteado na Alemanha, no ano de 1933, pela empresa Erblosh & Co. e é atualmente utilizado pelos países que não dispõem de bentonita sódica natural (ARANHA *et al.*, 2002; ARANHA, 2007; LUZ & OLIVEIRA, 2008; MENEZES, 2009b; TONNESEN *et al.*, 2010).

Os fluidos base água ativados com argila bentonítica são utilizados em todo o mundo e, no Brasil, são amplamente empregados em perfurações de poços terrestres com até 1500m de profundidade (AMORIM, 2002).

2.5. Purificação por hidrociclonagem

Os fluidos de perfuração geralmente são muito sensíveis à presença de elementos contaminantes, geralmente sais inorgânicos, sendo a viscosidade plástica a propriedade mais afetada. Estes elementos, em geral, fazem parte da composição das argilas, e podem contaminar os fluidos antes de seu contato com a perfuração (MARTINS, 2007). O uso de um hidrociclone pode representar uma ferramenta bastante eficiente e de custo acessível para a purificação de argilas naturais em escala industrial, separando-se as frações mais grosseiras, relativas à presença principalmente de minerais acessórios, das frações mais finas, constituídas pelo argilomineral. Seu uso vem sendo empregado de maneira diversificada nas indústrias química, metalúrgica, têxtil, petroquímica, de alimentos, de bioengenharias, etc. (COSTA, 2010).

2.5.1. Hidrociclone

A existência de hidrociclones reporta a 1890, entretanto, somente a partir de 1940 iniciou-se a fabricação desses equipamentos com tecnologias avançadas. Nos anos seguintes, milhares de hidrociclones foram instalados e hoje esses equipamentos são considerados padrões em muitas empresas. Trata-se de um equipamento versátil, de capacidade elevada e sem partes móveis (CETEM, 2007).

Os hidrociclones constituem uma classe significativa de equipamentos destinados principalmente à separação de suspensões no sistema sólido-líquido (SOUZA *et al.*, 2000). Porém, hoje eles são usados para a separação sólido-sólido, líquido-líquido e gás-líquido (SOCCOL *et al.*, 2005)

Os hidrociclones possuem vasta aplicação na área de processamento mineral. E vêm sendo utilizado de maneira diversificada nas indústrias química, metalúrgica, têxtil, petroquímica, de alimento, de bioengenharia etc. (ROVINSKY, 1995; DAI *et al.*, 1999; CHU *et al.*, 2002).

O hidrociclone consiste de uma parte cônica ligada a uma parte cilíndrica, na qual existe uma entrada tangencial para a suspensão de alimentação. A parte superior do hidrociclone apresenta um tubo para a saída da suspensão diluída (“*overflow*”) e na parte inferior há um orifício de saída da suspensão concentrada (“*underflow*”) (MARTINS, 2007; COSTA, 2010).

Barrozo *et al.* (1992) relatam que o princípio de separação dos hidrociclones é o mesmo das centrífugas. (Figura 2.3)

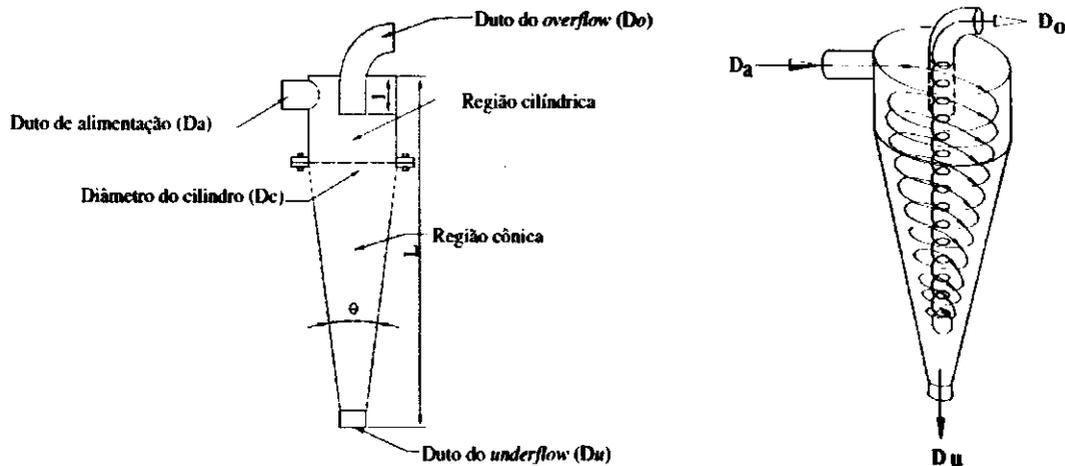


Figura 2.3. Esquema típico de um hidrociclone e princípio de seu funcionamento. Fonte: OTHON & ZANINI, 2010.

Devido à alimentação tangencial de uma suspensão sólido-líquido na região cilíndrica do equipamento, e devido à força centrífuga e ao formato do equipamento, tem-se a formação de um vórtex descendente, fazendo com que as partículas maiores e mais densas sejam projetadas contra a parede, sendo então arrastadas até a saída inferior do mesmo (ápex). As partículas menores e de menor densidade são então arrastadas para o centro do equipamento formando um vórtex ascendente, saindo por um orifício superior (vórtex) (MARTINS, 2007; COSTA, 2010) (Figura 2.4). Sendo que diferentemente das centrífugas, os hidrociclones não apresentam partes móveis, requerendo baixo custo de instalação, pouca manutenção e simplicidade de operação (VIEIRA, 2006; OTHON & ZANINI, 2010).

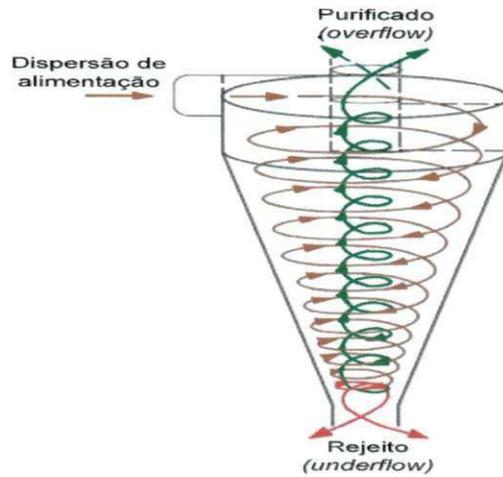


Figura 2.4. Fluxo no interior de um hidrociclone. Fonte: TILLER, 2007

O processo de separação no hidrociclone com estrutura convencional é sempre acompanhada por algumas desvantagens inerentes, tais como a insatisfatória nitidez de separação e a perda de carga (CHU, 2000). Segundo Cabello (1996), as perdas de carga nos hidrociclones são da ordem de 30 a 70 kPa, e dependem da vazão, porém, são independentes do conteúdo de sedimentos e constantes no tempo, diferentes de sistemas de filtragem em que as perdas de carga aumentam à medida que se acumulam sedimentos.

Na hidrociclonagem ocorre uma classificação de partículas, ou seja, estas estão contidas numa polpa, com as quais se obtêm, após a classificação, duas classes de partículas, uma contida no *underflow* e outra no *overflow*. Teoricamente essas duas classes de partículas deveriam ser uma fina e outra grossa, mas na prática, a fração contida no *underflow* inclui a maior quantidade de partículas grossas, enquanto aquela contida no *overflow* inclui a maior quantidade de partículas finas. É conclusivo que a classificação não é perfeita, ou seja, a classificação não ocorre num tamanho bem definido (MULAR, 1980).

Os hidrociclones utilizados em escala piloto permitem modificações de alguns parâmetros, como: diâmetro do hidrociclone, diâmetro e comprimento do *vórtex*, diâmetro do *ápex*, comprimento da parte cilíndrica e ângulo de cone (MULAR, 2003).

Diâmetro do hidrociclone - Na prática, o diâmetro de corte é determinado pelas dimensões do hidrociclone. A classificação em granulometrias finas requer a utilização de hidrociclones com pequenos diâmetros. Resumindo, quanto maior o diâmetro do hidrociclone, maior será o corte granulométrico da classificação, porque esses equipamentos

proporcionam menor aceleração às partículas, isto é, a força de aceleração é inversamente proporcional ao diâmetro do hidrociclone.

Comprimento da seção cilíndrica e ângulo de cone - São os parâmetros que afetam o tempo de residência da polpa no hidrociclone. É comum, o uso do comprimento da seção cilíndrica C igual ao seu diâmetro D . O aumento de C eleva o tempo de residência e, em consequência, se obtém uma classificação mais fina.

Diâmetro e altura do *vórtex* - Para um mesmo hidrociclone, acréscimos no diâmetro do *vórtex* provocam também acréscimos no diâmetro de corte de classificação e na percentagem de sólidos no *overflow*.

Diâmetro do *ápex* - É aconselhável que o *ápex*, ponto de maior desgaste do equipamento, possua um diâmetro menor que um quarto do diâmetro do *vórtex*.

O aumento do diâmetro do *ápex* diminui o diâmetro de classificação. Se o diâmetro do *ápex* for muito pequeno, deverá ocorrer um acúmulo de material grosso no cone, aguardando a sua descarga. Conseqüentemente, partículas que já foram rejeitadas pelo *vórtex finder* podem retornar e serão descarregadas, o que aumentará o diâmetro da classificação granulométrica. Quando a operação resulta na descarga do *underflow*, segundo o formato de cordão, denota uma sobrecarga do *ápex* com partículas grossas ou, de modo inadvertido, seu estrangulamento. Nesta situação, essas partículas são forçadas a sair pelo *overflow*, prejudicando, de forma expressiva, a eficiência da classificação. Por outro lado, a descarga em forma de guarda-chuva é característica de um *ápex* muito aberto. Finalmente, o operador percebe a operação eficiente do hidrociclone, quando o *underflow* descarrega na forma de um cone de ângulo pequeno, ou chuveiro, que é a posição adequada à classificação perfeita. As três situações estão esquematizadas na Figura 2.5.

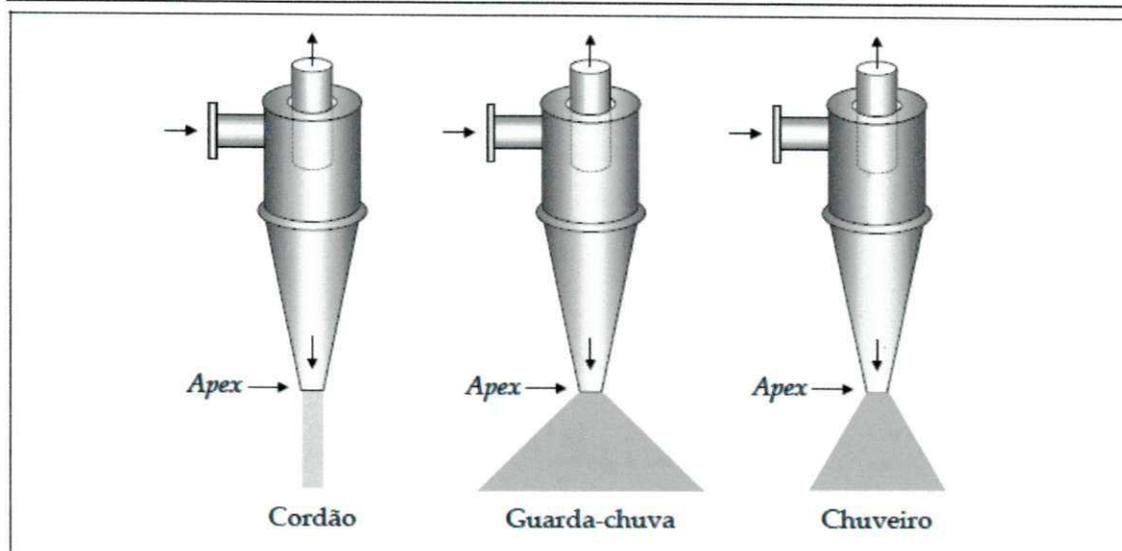


Figura 2.5. Diagramas ilustrativos de três formas de descarga do *underflow* do hidrociclone. Fonte: SAMPAIO *et al.*, 2007.

Na realidade, há uma partição granulométrica e não um tamanho de corte definido, como desejariam todos os operadores e pesquisadores. A granulometria das partículas é fundamental e está relacionada com o comportamento dos materiais nas diferentes fases unitárias (FLORENCIO, 2006), bem como consiste em um dos parâmetros de maior interesse para o produto gerado deste processo de purificação: a argila purificada.

As argilas bentoníticas apresentam dificuldade de separação, tendo em vista o seu baixo diâmetro de corte para a seleção da fração argila, frações abaixo de $2\mu\text{m}$, bem como o devido efeito de interação entre as partículas. Em uma suspensão diluída de bentonita as lamelas de argila podem se empilhar paralelamente, formando aglomerados denominados *tactoids*. O número de lamelas de argila em um aglomerado geralmente aumenta com o peso atômico e carga do cátion trocável (WHALLEY, 1991).

Muitos estudos vêm sendo realizados com objetivo de desenvolver metodologias para purificação das argilas bentoníticas. Ferreira (2005) desenvolveu uma metodologia de purificação de argilas bentoníticas por sedimentação seletiva, este processo consiste em dispersar a argila em água, mantendo controladas as concentrações de argila e agitação da dispersão, com posterior separação, através de sedimentação seletiva, da fração argila, que permanece em suspensão, da fração não argilosa, que sedimenta, juntamente com partículas argilosas não dispersas, sendo notáveis as melhorias

reológicas. O método de sedimentação seletiva apresenta baixo custo, porém necessita de um elevado tempo para sua correta execução. Boylu *et al.* (2010), estudou a eficiência de separação de bentonitas sódicas da Turquia por hidrociclonagem. Esse estudo mostrou que as argilas purificadas apresentaram qualidades apropriadas para diferentes usos, podendo ser utilizada como lama de perfuração. Othon & Zanini (2010) estudou a eficiência de um hidrociclone de Geometria “Rietema” para pré-filtragem de água para irrigação, comprovando a eficiente remoção de partículas sólidas, notadamente para água contendo areia.

Costa *et al.* (2012) estudou a purificação de argilas bentoníticas utilizando-se um hidrociclone, visando o desenvolvimento de argilas organofílicas purificadas a partir de tensoativos iônicos e não iônicos para uso em fluidos de perfuração base óleo. O processo de hidrociclonagem controlado por difração a laser, fluorescência de raios X e difração de raios X evidenciou a eficiência do hidrociclone, com a retirada dos acessórios e uma indesejável perda de finos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Para realização deste trabalho foram utilizadas argilas provenientes da Fazenda Campos, localizada no município de Pedra Lavrada – PB, fornecidas pela Empresa GEMINEX Minérios Industriais. As amostras possuem designação diferenciada em sua região de extração e, para fins de identificação no contexto da pesquisa, foram denominadas conforme relação apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Denominação utilizada no contexto do trabalho para as amostras naturais (antes da purificação) e designação utilizada pelos fornecedores no município de Pedra Lavrada – PB.

Denominação utilizada para as amostras naturais	Designação dos fornecedores
AM1	Argila Bentonítica Escura
AM2	Argila Cinza
AM3	Argila Clara
AM4	Argila Verde Inferior
AM5	Argila Verde Superior

Foi utilizado o aditivo carbonato de sódio (Na_2CO_3) anidro PA da marca VETEC – utilizado para transformar as argilas bentoníticas com suas composições policatiónicas em sódicas (ativação das amostras).

As amostras purificadas foram denominadas de acordo com a Tabela 3.2.

Tabela 3.2. Denominação e descrição utilizada no contexto do trabalho para as amostras purificadas.

Denominação utilizada para as amostras purificadas	Descrição das amostras purificadas
AM1-P-7	AM1 purificada-com 7 dias de repouso
AM1-P-14	AM1 purificada-com 14 dias de repouso
AM1-P-21	AM1 purificada-com 21 dias de repouso
AM1-P-28	AM1 purificada-com 28 dias de repouso
AM2-P-7	AM2 purificada-com 7 dias de repouso
AM2-P-14	AM2 purificada-com 14 dias de repouso
AM2-P-21	AM2 purificada-com 21 dias de repouso
AM2-P-28	AM2 purificada-com 28 dias de repouso
AM3-P-7	AM3 purificada-com 7 dias de repouso
AM3-P-14	AM3 purificada-com 14 dias de repouso
AM3-P-21	AM3 purificada-com 21 dias de repouso
AM3-P-28	AM3 purificada-com 28 dias de repouso
AM4-P-7	AM4 purificada-com 7 dias de repouso
AM4-P-14	AM4 purificada-com 14 dias de repouso
AM4-P-21	AM4 purificada-com 21 dias de repouso
AM4-P-28	AM4 purificada-com 28 dias de repouso
AM5-P-7	AM5 purificada-com 7 dias de repouso
AM5-P-14	AM5 purificada-com 14 dias de repouso
AM5-P-21	AM5 purificada-com 21 dias de repouso
AM5-P-28	AM5 purificada-com 28 dias de repouso

3.2 Metodologia

A Figura 3.1 apresenta o fluxograma com as etapas da pesquisa.

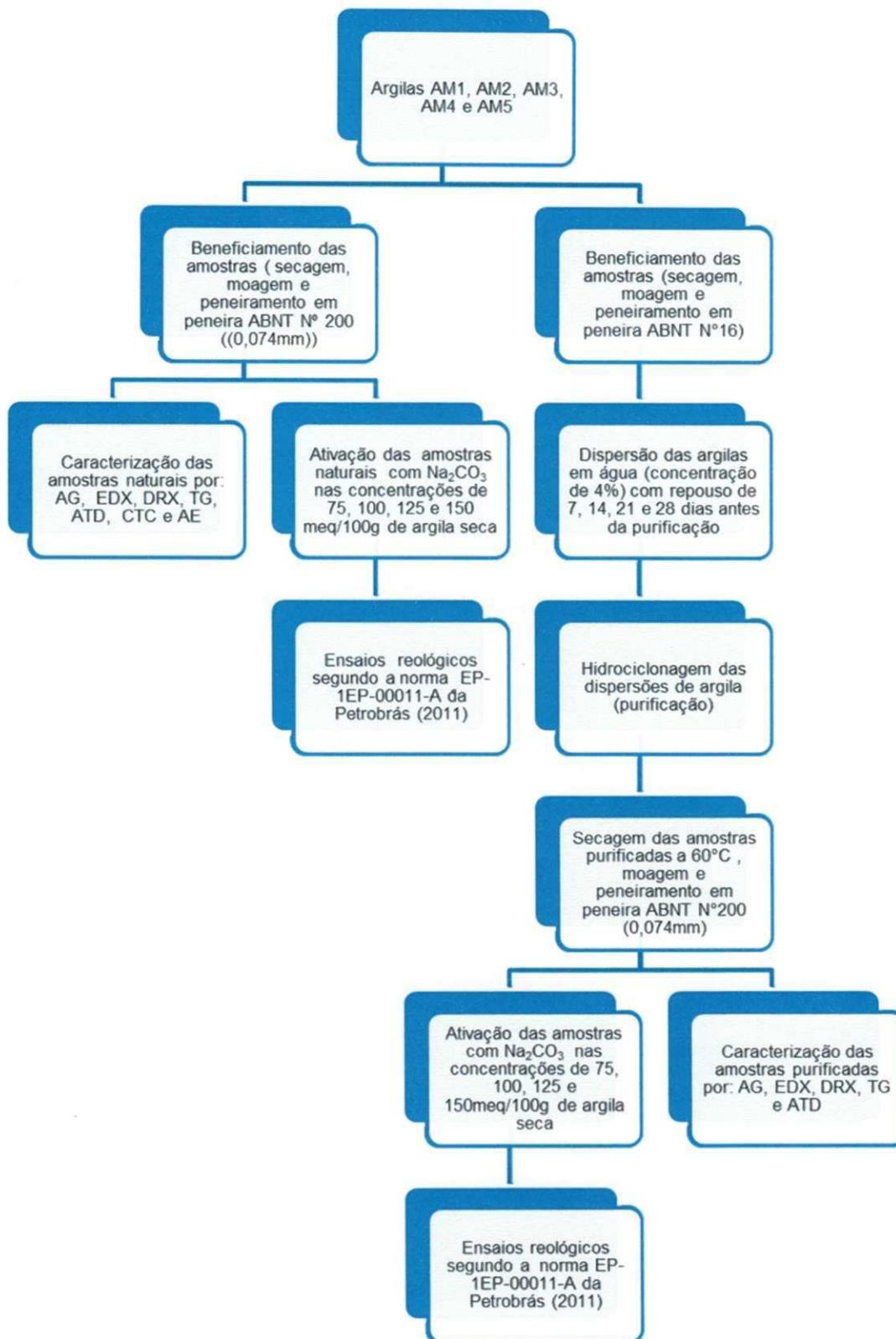


Figura 3.1. Fluxograma das etapas da pesquisa.

3.2.1 Beneficiamento

Beneficiamento das amostras naturais para caracterização

As amostras foram secas em temperatura ambiente por um período de aproximadamente quatro dias. Em seguida foram beneficiadas em um moinho de bolas, com revestimento interno de material cerâmico de elevada dureza, para cominuição. Após a cominuição, o material foi passado em peneira ABNT N° 200 (0,074mm) utilizando um peneirador elétrico modelo I-3007, marca Pavitest. Foram retiradas alíquotas para as diferentes etapas de caracterização física, química, mineralógica e reológica.

Beneficiamento das amostras para a etapa de purificação

Para esta etapa, as amostras foram secas em temperatura ambiente por um período de aproximadamente quatro dias. Em seguida o material foi passado em peneira ABNT N° 16 (1,00mm). Foram retiradas alíquotas para a etapa de purificação.

3.2.2 Caracterização

A caracterização das amostras das argilas naturais foi efetuada por meio das seguintes técnicas: análise granulométrica por difração de laser (AG), análise química por fluorescência de raios X (EDX), difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (ATD), capacidade de troca de cátions (CTC) e área específica (AE). E foram feitos ensaios reológicos segundo a norma EP-1EP-00011-A (2011) da Petrobrás.

Após purificação por hidrociclonagem as amostras foram caracterizadas por: análise granulométrica por difração de laser (AG), análise química por fluorescência de raios X (EDX), difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (ATD). E foram feitos também ensaios reológicos segundo a norma EP-1EP-00011-A (2011) da Petrobrás.

3.2.2.1 Análise granulométrica por difração de laser

As argilas naturais e purificadas foram passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074mm), e dispersas em 250mL de água destilada em um agitador Hamilton Beach N5000 a velocidade de 17.000 rpm por 10 min, em seguida esta dispersão foi colocada em um equipamento CILAS modelo 1064, em modo úmido, até atingir a concentração ideal que é de 170 unidades de difração/área de incidência.



Figura 3.2. Granulômetro à laser CILAS 1064

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

3.2.2.2 Análise química por fluorescência de raios X

As amostras de argilas bentoníticas naturais e purificadas foram passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074mm) e submetidas à EDX. O espectrômetro por EDX determina semi quantitativamente, os elementos presentes em uma determinada amostra, através da aplicação de raios X na superfície da amostra e a posterior análise dos fluorescentes emitidos em equipamento EDX 720 da Shimadzu.

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

3.2.2.3 Difração de raios X

As argilas bentoníticas naturais e purificadas foram passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074mm) e prensados manualmente em porta amostra de Al para análise por DRX, em equipamento XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi $K\alpha$ do Cu (40kV/30mA); a velocidade do goniômetro foi de 2°/min e passo de 0,02°; foi realizada varredura 2θ de 2° a 60°.

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



Figura 3.3. Equipamento XRD 6000 da Shimadzu.

3.2.2.4 Análise térmica diferencial e termogravimétrica

Os ensaios de ATG e ATD foram obtidos através de um sistema de Análises Térmicas simultâneo, Modelo DTG 60H da Shimadzu, com razão de aquecimento 12,5°C/min. A temperatura máxima para ambos os casos foi de 1000°C, a atmosfera utilizada foi ar comprimido e o padrão utilizado na ATD foi óxido de alumínio (Al_2O_3) calcinado.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

3.2.2.5 Capacidade de troca de cátions e área específica

As CTC e AE das amostras naturais foram determinadas através do método de adsorção de azul de metileno, descrito em FERREIRA *et al.* (1972). Os resultados de CTC foram apresentados em meq/100g de argila seca e a AE em m²/g.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

3.2.3 Purificação das Argilas

Cada amostra foi dispersa numa concentração de 4% em massa, num volume de 30L, sem defloculante, e mantidas em repouso por períodos que variaram de 7, 14, 21 e 28 dias. Posteriormente cada amostra foi mantida sob agitação no hidrociclone por 24h em temperatura ambiente. Após esse período, a dispersão foi bombeada com o auxílio de uma bomba centrífuga para o hidrociclone (Figuras 3.4 e 3.5) onde ocorreu o processo de separação do fluxo em “*overflow*” e “*underflow*”. O “*underflow*” foi colhido na parte inferior, ápex, (rejeito), e o “*overflow*” na parte superior, vórtex, (purificado). Foi utilizado um hidrociclone RWK 42L fabricado pela NetzschAWK, Alemanha, com corte na fração de 2 a 5 µm e pressão de 3,5bar.



Figura 3.4. Hidrociclone utilizado

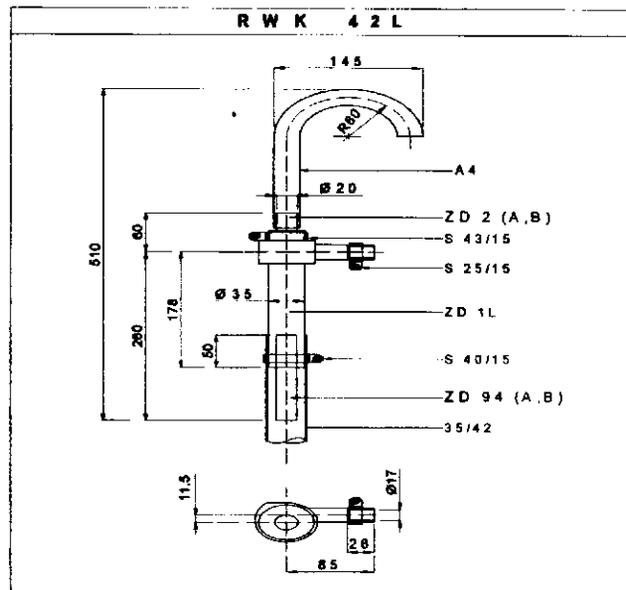


Figura 3.5. Representação esquemática do hidrociclone utilizado.

Após o procedimento de purificação, as amostras purificadas foram secas a 60°C, moídas e passadas em peneira ABNT n° 200 (0,074mm), para a caracterização física, mineralógica e ensaios reológicos.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

3.2.4 Propriedades reológicas

As argilas bentoníticas naturais e purificadas foram transformadas em sódicas, utilizando-se soluções concentradas de carbonato de sódio (Na_2CO_3) nos seguintes teores: 75, 100, 125 e 150meq/100g de argila seca para as amostras. Em seguida foi determinado o teor de resíduo e o teor de umidade das amostras naturais. As propriedades reológicas determinadas para as amostras naturais e purificadas foram: viscosidade aparente (VA) e viscosidade plástica (VP) utilizando viscosímetro Fann modelo 35A. O volume de filtrado foi realizado em filtro prensa da marca Fann e o pH em phmetro eletrônico da marca Hanna. Todos os ensaios foram realizados de acordo com a norma EP-1EP-00011-A da Petrobrás (2011).

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, PB.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**4.1 Caracterização das argilas naturais (antes da purificação)**

A Figura 4.1 e a Tabela 4.1 apresentam os resultados das análises granulométricas das argilas naturais.

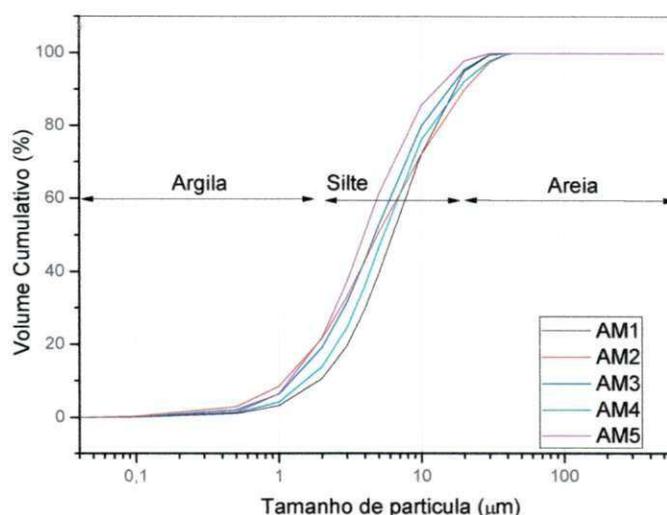


Figura 4.1. Distribuição granulométrica das argilas naturais.

Tabela 4.1. Composição granulométrica por tamanho de partículas das amostras estudadas.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu m$)	Silte (%) ($2\mu m < x < 20\mu m$)	Areia (%) ($x > 20\mu m$)	Diâmetro Médio (μm)
AM1	10,63	84,26	5,11	7,88
AM2	21,65	68,24	10,11	8,00
AM3	19,26	76,30	4,44	6,54
AM4	14,02	78,24	7,74	7,71
AM5	21,95	75,97	2,08	5,48

Através da análise granulométrica das amostras naturais observou-se que as amostras AM2, AM3 e AM5 foram as que apresentaram maiores teores de fração argila, variando de 19,26%, para a argila AM3, a 21,95%, para a amostra AM5. Porém, para argila AM1 esse valor foi de apenas 10,63%. A amostra AM2 foi a que apresentou o maior valor de diâmetro médio, sendo de

8,00µm. Enquanto a amostra AM5 foi a que apresentou o menor valor de diâmetro médio, sendo este de 5,48µm.

Comparando-se os resultados de distribuição de tamanho de partículas com valores encontrados por Batista *et al.* (2009) para bentonitas do município de Cubati-PB, verificou-se que os teores de fração argila apresentados foram inferiores.

Na Tabela 4.2 estão apresentadas as composições químicas das argilas estudadas naturais.

Tabela 4.2. Composições químicas das amostras estudadas naturais (antes da purificação).

Oxidos (%)	AM1	AM2	AM3	AM4	AM5
SiO ₂	48,7	45,0	53,7	51,2	48,4
Al ₂ O ₃	29,4	28,1	28,7	25,9	21,4
Fe ₂ O ₃	5,6	6,1	3,7	6,1	13,3
MgO	2,2	1,8	1,6	2,8	2,7
CaO	0,6	0,2	0,4	0,6	0,9
K ₂ O	0,4	0,5	0,5	0,9	1,9
TiO ₂	1,0	1,1	1,2	0,8	1,3
Outros	0,6	0,3	0,1	0,4	1,6
¹ PF	11,8	16,9	10,1	11,3	8,6

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Verificou-se que as argilas apresentaram elevados teores de SiO₂ (> 45%) e Al₂O₃ (> 25%), sendo que a argila AM5 apresentou o menor teor de Al₂O₃ (21,4%). Para o teor de Fe₂O₃ observou-se que a argila AM5 apresentou teor de 13,3%, e as outras argilas apresentaram teores inferiores a 7,0%. De acordo com Amorim (2003), os teores de ferro em torno de 7,0% são típicos de argilas do Município de Boa Vista – PB. Segundo Souza Santos (1992), estes teores são provenientes do reticulado dos argilominerais do grupo da esmectita, que contém cerca de 4,0 a 6,0% de Fe₂O₃. Todas as amostras apresentaram teores de MgO entre 1,6% e 2,8%. Os valores de K₂O, CaO e TiO₂ apresentaram-se relativamente baixos, inferiores a 2%. Os resultados são semelhantes a amostras estudadas do estado da Paraíba por Batista *et al.* (2009) e Tonnesen *et al.* (2012).

Os difratogramas de raios X das argilas estudadas naturais estão apresentados na Figura 4.2.

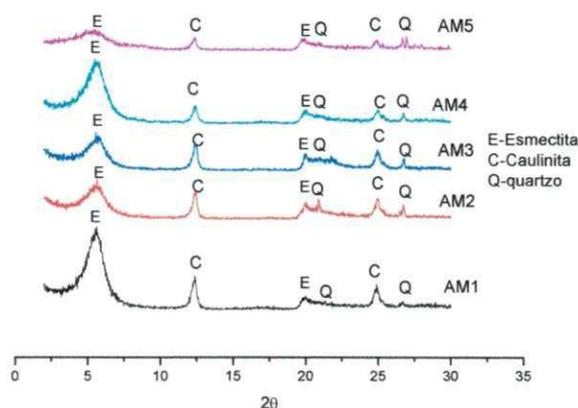


Figura 4.2. DRX das argilas naturais.

Analisando a Figura 4.2, referente aos difratogramas das argilas antes da purificação, observou-se que as amostras apresentaram semelhantemente as seguintes fases mineralógicas: esmectita, caracterizado por 15,9Å e 4,43Å; caulinita, caracterizada pelas distâncias interplanares de 7,15Å, 3,56Å; e quartzo, caracterizado por 4,26Å, 3,33 Å. O Fe_2O_3 presente nas amostras está provavelmente relacionado ao ferro presente na estrutura cristalina do argilomineral do grupo da esmectita (SOUZA SANTOS, 1992), já que não foi observada a presença de goetita, hematita, ilita ou outras fases que poderiam ser fontes de óxidos e hidróxidos de ferro. As amostras AM1 e AM4 foram as que apresentaram os maiores picos de esmectita, e a amostra AM5 foi a que apresentou picos menores de esmectita, o que poderá refletir nas propriedades reológicas das argilas.

Segundo estudo de Menezes *et al.* (2009) e Batista (2010) as argilas bentônicas do Município de Cubati – PB apresentam como fases mineralógicas: esmectita, caulinita e quartzo, sendo similares as argilas do município de Pedra Lavrada - PB. De maneira geral verificou-se que as argilas denominadas AM1, AM2, AM3, AM4 e AM5 apresentaram difratogramas típicos das argilas bentônicas com teores elevados de caulinita e esmectita (SOUZA SANTOS, 1992; AMORIM, 2003; CAMPOS, 2007; FERREIRA, 2009).

As Figuras 4.3, 4.4 e 4.5 apresentam as curvas de análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas: AM2, AM3, AM4 e AM5 naturais.

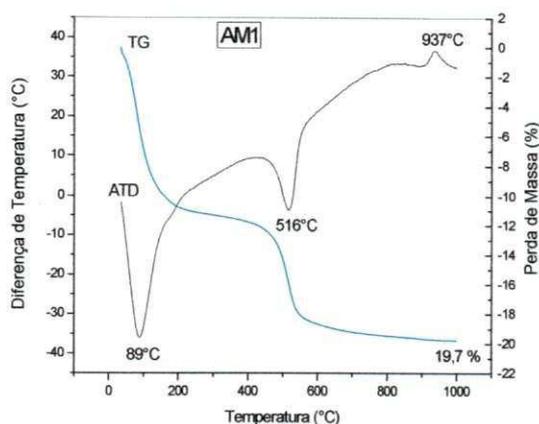
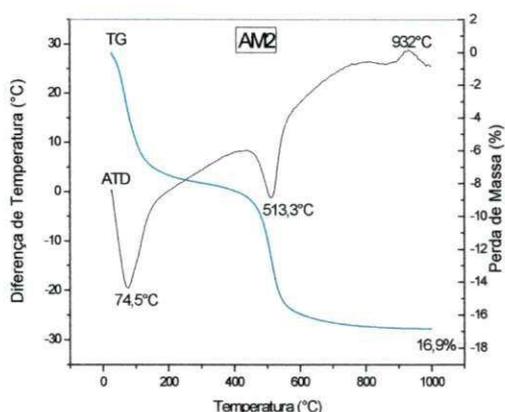
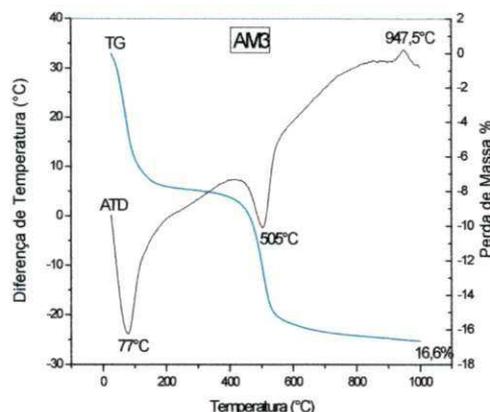


Figura 4.3. Análises termogravimétricas e termodiferenciais da argila AM1.

Na Figura 4.3, pode-se observar, através da curva térmica diferencial, que a argila AM1 apresentou pico endotérmico de 89°C aproximadamente, provavelmente característico da presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico com máximo por volta de 516°C associado a desidroxilação dos argilominerais. Observou-se também pico exotérmico em torno de 937°C, possivelmente relacionado à nucleação de mulita com liberação de quartzo β. Através da curva termogravimétrica da argila observou-se perda de massa de 19,7% correspondente às perdas de água, de matéria orgânica e de hidroxila.



(a)



(b)

Figura 4.4. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas AM2 (a) e AM3 (b).

Na Figura 4.4, pode-se observar, através da curva térmica diferencial, que tanto a argila AM2 quanto a argila AM3 apresentaram picos endotérmicos em volta de 74,5°C e 77°C, respectivamente, característica da presença de

água livre e adsorvida; picos endotérmicos com máximo em 513,3°C para a argila AM2 e 505°C para a argila AM3 estão associados a desidroxilação dos argilominerais. Observou-se também picos exotérmicos em torno de 932°C e 947,5°C, respectivamente, possivelmente relacionado à nucleação de mulita com liberação de quartzo β .

Através das curvas termogravimétricas das argilas observou-se perdas de massa de 16,9% e 16,6% para as argilas AM2 e AM3, respectivamente, correspondente às perdas de água, de matéria orgânica e de hidroxila.

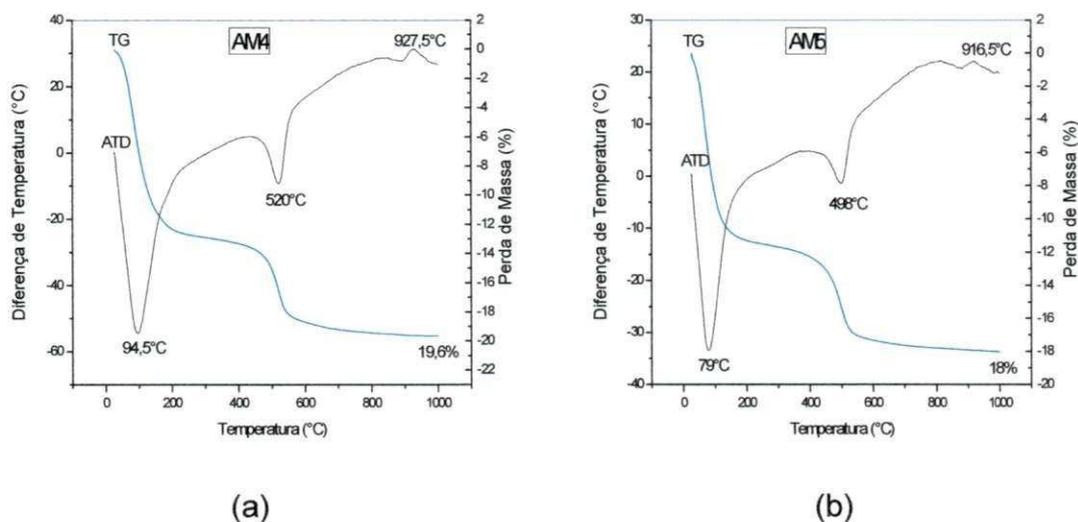


Figura 4.5. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas AM4 (a) e AM5 (b).

Na Figura 4.5, pode-se observar, através da curva térmica diferencial, que tanto a argila AM4 quanto a argila AM5 apresentaram picos endotérmicos de 94,5°C e 79°C, respectivamente, provavelmente picos característicos da presença de água livre e adsorvida; picos endotérmicos com máximo por volta de 520°C para a AM4 e 498°C para a AM5 associados a desidroxilação dos argilominerais. Observou-se também picos exotérmicos em torno de 927,5°C e 916,5°C, respectivamente, possivelmente relacionado à nucleação de mulita com liberação de quartzo β .

Através das curvas termogravimétricas das argilas observou-se perdas de massa de 19,6% e 18% para as argilas AM4 e AM5, respectivamente, correspondente às perdas de água, de matéria orgânica e de hidroxila.

Comparando os resultados dos termogramas com os valores encontrados por Menezes *et al.* (2009) e Batista (2010), para as argilas de

Cubati – PB, observa-se que são similares, evidenciando um comportamento típico das argilas bentoníticas.

Na Tabela 4.3, estão apresentados os resultados de CTC das argilas denominadas AM1, AM2, AM3, AM4 e AM5 naturais (antes da purificação).

Tabela 4.3. Capacidade de troca de cátions das amostras estudadas.

Argilas	Capacidade de troca de cátions (meq/100g)
AM1	84
AM2	60
AM3	68
AM4	84
AM5	60

Analisando conjuntamente os resultados apresentados na Tabela 4.8, observou-se que as amostras estudadas apresentaram CTC entre 60 meq/100g de argila seca e 84 meq/100g de argila seca, valores típicos para as argilas montmoriloníticas submetidas à metodologia de azul de metileno, segundo dados de Amorim (2003). Verificou-se que os valores obtidos foram semelhantes a valores observados em bentonitas sul-americanas (AMORIM *et al.*, 2004 (68 a 104meq/100g) e CARRERA *et al.*, 2008 (54 a 60 meq/100g)).

Na Tabela 4.4 estão apresentados os resultados da AE das argilas naturais.

Tabela 4.4. Área específica das amostras estudadas.

Amostras	Área específica (m ² /g)
AM1	656
AM2	468
AM3	531
AM4	656
AM5	468

Analisando os resultados de AE, observou-se que estes variaram de 468 m²/g (AM2) a 656 m²/g (argilas AM4 e AM1).

Comparando os resultados obtidos com estudo realizado por Ferreira (2009), para a argila do tipo chocolate verificou-se que os valores obtidos foram superiores, mas que se encontram dentro dos valores típicos de argilas esmectíticas.

A Figura 4.6 e a Tabela 4.5 apresentam as propriedades reológicas das argilas estudadas naturais.

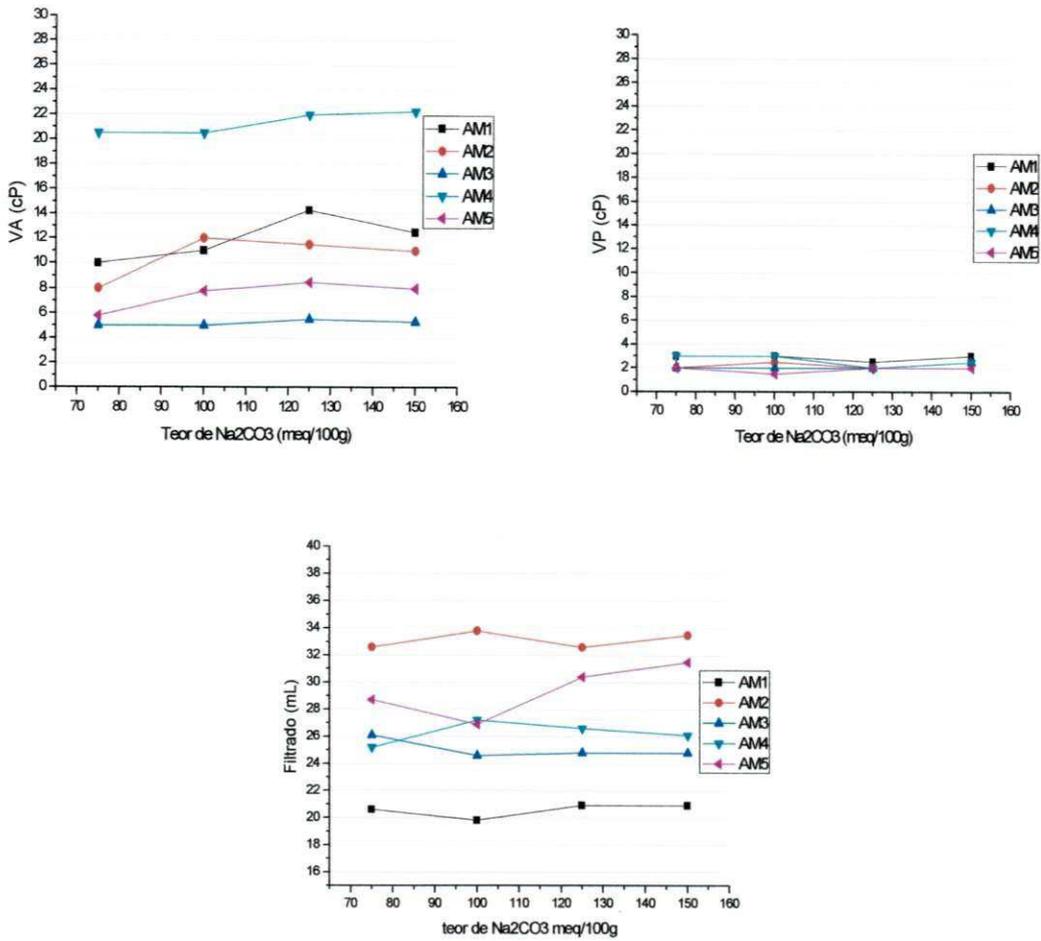


Figura 4.6. Propriedades reológicas das amostras naturais.

Tabela 4.5. Resultados das propriedades reológicas das amostras naturais (antes da purificação).

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)	Resíduo (n°200)	Umidade %
AM1	75,0	10,0	3,0	10,2	20,6	0	5,3
	100,0	11,0	3,0	10,2	19,8	0	4,1
	125,0	14,3	2,5	10,8	20,9	0	4,9
	150,0	12,5	3,0	10,8	20,9	0	4,5
AM2	75,0	8,0	2,0	10,6	32,6	0	4,2
	100,0	12,0	2,5	10,7	33,8	0	4,1
	125,0	11,5	2,0	10,8	32,6	0	5,0
	150,0	11,0	2,5	10,9	33,5	0	3,5
AM3	75,0	5,0	2,0	10,5	26,1	0	4,6
	100,0	5,0	2,0	10,7	24,6	0	5,1
	125,0	5,5	2,0	10,9	24,8	0	5,3
	150,0	5,3	2,5	10,9	24,8	0	5,7
AM4	75,0	20,5	3,0	10,6	25,2	0	4,0
	100,0	20,5	3,0	10,6	27,2	0	3,9
	125,0	22,0	2,0	10,7	26,6	0	4,7
	150,0	22,3	2,5	10,8	26,1	0	3,2
AM5	75,0	5,8	2,0	10,7	28,7	0	4,4
	100,0	7,8	1,5	10,8	26,9	0	4,7
	125,0	8,5	2,0	10,8	30,4	0	4,6
	150,0	8,0	2,0	10,9	31,5	0	4,2

Analisando-se os resultados reológicos das amostras naturais verificou-se que os maiores valores de (VA) foram para a argila AM4, sendo de 20,5 cP, 22 cP e 22,3 cP para VA com teor de 75 e 100, 125 e 150meq/100g de argila seca, respectivamente. Comparando-se esses valores com as normas da Petrobras (2011), verificou-se que os valores de VA foram superiores ao mínimo especificado que é de 15,0 cP. Para os valores de VP, que segundo as especificações da Petrobras (2011) é de no mínimo 4,0cP, verificou-se que nenhum resultado foi satisfatório. Para o valor de pH, todos os valores estão um pouco mais elevados do que a especificação da Petrobras (2011) que é no máximo 10,0. Os resultados de volume de filtrado foram superiores a 18,0mL, que é o especificado pela norma da Petrobras. O teor de resíduo em peneira ABNT N° 200(0,074mm) apresentaram-se dentro das especificações que não deve ser maior que 4,0%. Os teores de umidade das argilas foram inferiores a 6,0%, estando dentro das especificações da Petrobras (2011), que não deve ultrapassar 14,0%.

Numa análise conjunta dos resultados acima apresentados, observou-se que os resultados mais satisfatórios, de uma forma geral, foram para as argilas

AM1 e AM4. Pois foram as argilas que apresentaram os maiores valores de VA, apesar da amostra AM1 não ter se apresentado dentro das especificações da Petrobrás. Apresentaram também os maiores valores de CTC e AE, assim como foram as que apresentaram os maiores picos de esmectita, observado através do DRX. Entretanto, foram as amostras com menor teor de fração abaixo de $2\mu\text{m}$.

No entanto, os resultados das outras amostras precisam ser mais bem estudados, principalmente em relação às propriedades reológicas com adição de aditivos. Segundo estudo feito por Amorim (2003), resultados animadores comprovaram que, com a adição de aditivos industriais, prováveis respostas sobre o estado floculado-gel das dispersões de argilas, como: elevação da viscosidade aparente, plástica, redução do volume do filtrado, estabilização do pH e umidade podem ser conseguidas a modo de se alcançar os requisitos estabelecidos pela norma.

4.2 Caracterização das argilas purificadas e comparação com as amostras naturais

As Figuras 4.7 a 4.11 e as Tabelas 4.6 a 4.10 apresentam os resultados das análises granulométricas das argilas purificadas para os diferentes dias de repouso.

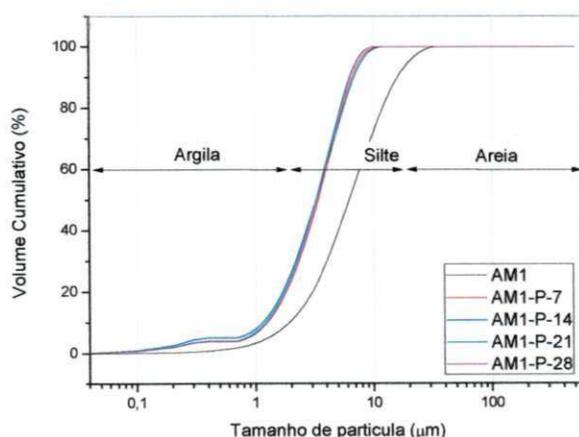


Figura 4.7. Distribuição granulométrica da argila AM1 purificada.

Tabela 4.6. Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM1 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
AM1	10,63	84,26	5,11	7,88
AM1-P-7	23,60	76,40	0,00	3,69
AM1-P-14	26,49	73,51	0,00	3,65
AM1-P-21	25,41	74,59	0,00	3,51
AM1-P-28	24,23	75,77	0,00	3,58

Analisando-se a composição granulométrica da amostra AM1 purificada para os diferentes dias de repouso, observou-se que o diâmetro médio de partículas variou de 3,51 μm a 3,69 μm para as amostras purificadas. Comparando-se esses valores com o da amostra natural, observou-se uma grande diminuição no diâmetro médio das partículas, cujo valor diminuiu de 7,88 μm , para a amostra natural, à 3,51 μm para a amostra AM1-P-21 purificada. O teor de fração areia para as amostras purificadas foi de 0,00%. O teor de silte das amostras purificadas também diminuíram com relação a mesma argila natural (antes da purificação). A amostra AM1-P-14 foi a que apresentou um maior teor de fração argila, sendo este valor de 26,49%.

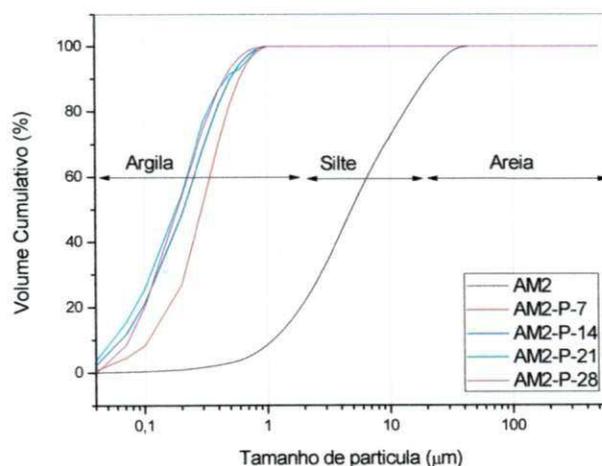


Figura 4.8. Distribuição granulométrica da argila AM2 purificada.

Tabela 4.7. Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM2 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
AM2	21,65	68,24	10,11	8,00
AM2-P-7	100,00	0,00	0,00	5,35
AM2-P-14	100,00	0,00	0,00	4,25
AM2-P-21	100,00	0,00	0,00	5,51
AM2-P-28	100,00	0,00	0,00	5,23

Para as amostras AM2 purificadas observou-se uma diminuição no diâmetro médio das partículas, cujo valor diminuiu de 8,00 μm para a amostra natural à 4,25 μm para a amostra AM2-P-14. Os teores de fração silte e areia para as amostras purificadas foi de 0,00%, enquanto para a amostra natural esse valor foi de 10,11%. Todas as amostras apresentaram 100% de teor de argila após purificação.

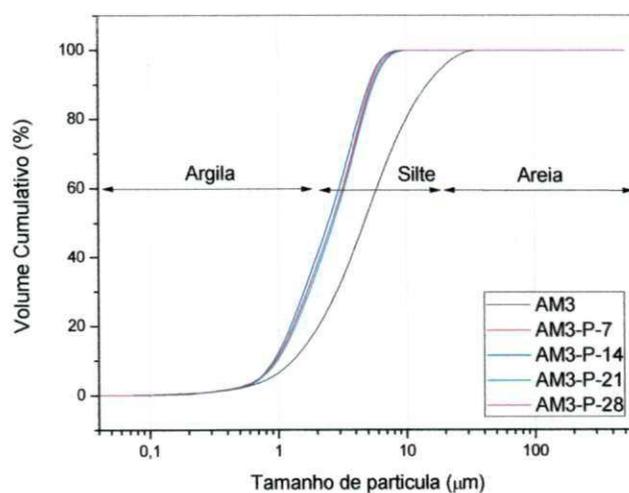


Figura 4.9. Distribuição granulométrica da argila AM3 purificada.

Tabela 4.8. Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM3 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
AM3	19,26	76,30	4,44	6,54
AM3-P-7	37,72	62,28	0,00	2,90
AM3-P-14	40,75	59,25	0,00	2,76
AM3-P-21	36,33	63,67	0,00	3,01
AM3-P-28	37,87	62,13	0,00	2,94

Analisando-se a composição granulométrica da amostra AM3 purificada para os diferentes dias de repouso, observou-se uma grande diminuição no diâmetro médio das partículas, cujo valor diminuiu de $6,54\mu\text{m}$ para a amostra natural, à $2,76\mu\text{m}$ para a amostra AM3-P-14. O teor de fração areia para as amostras purificadas foi de 0,00%, enquanto para a amostra natural esse valor foi de 4,44%. O teor de silte das amostras purificadas também diminuíram com relação a mesma argila natural. A amostra AM3-P-14 foi a que apresentou um maior teor de fração argila, sendo este valor de 40,75%.

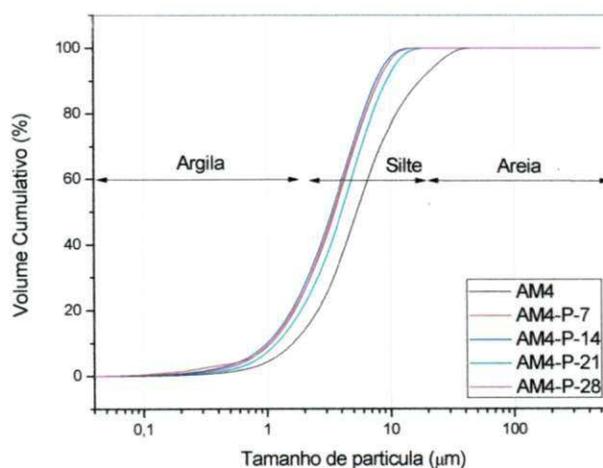


Figura 4.10. Distribuição granulométrica da argila AM4 purificada.

Tabela 4.9. Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM4 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu\text{m}$)	Silte (%) ($2\mu\text{m} < x < 20\mu\text{m}$)	Areia (%) ($x > 20\mu\text{m}$)	Diâmetro Médio (μm)
AM4	14,02	78,24	7,74	7,71
AM4-P-7	26,20	73,80	0,00	4,05
AM4-P-14	27,89	72,11	0,00	3,88
AM4-P-21	22,14	77,86	0,00	4,68
AM4-P-28	26,35	73,65	0,00	4,09

Analisando-se a composição granulométrica da amostra AM4 purificada para os diferentes dias de repouso, observou-se que o diâmetro médio de partículas variou de 3,88 μm a 4,68 μm . Comparando-se esses valores com o da amostra natural, observou-se uma grande diminuição no diâmetro médio das partículas, cujo valor diminuiu de 7,71 μm para a amostra natural até 3,88 μm para a amostra purificada. O teor de fração areia para as amostras purificadas foi de 0,00%. O teor de silte das amostras purificadas também diminuíram com relação a mesma argila natural. A amostra AM4-P-14 foi a que apresentou um maior teor de fração argila, sendo este valor de 27,89%.

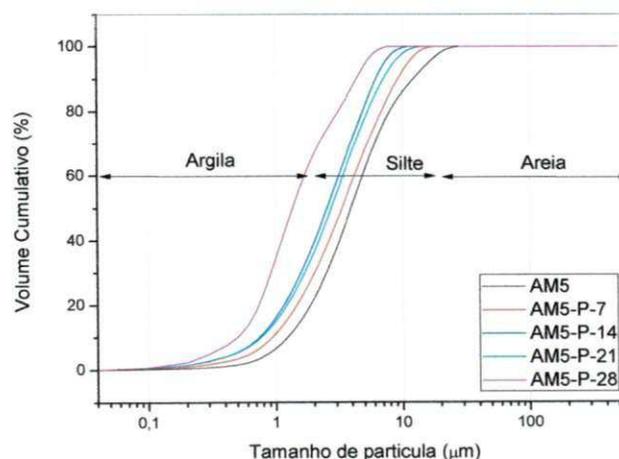


Figura 4.11. Distribuição granulométrica da argila AM5 purificada.

Tabela 4.10. Composição granulométrica por tamanho de partículas da amostra AM5 purificada para os diferentes dias de repouso e a comparação com a amostra natural.

Argilas	Argila (%) ($x < 2\mu m$)	Silte (%) ($2\mu m < x < 20\mu m$)	Areia (%) ($x > 20\mu m$)	Diâmetro Médio (μm)
AM5	21,95	75,97	2,08	5,48
AM5-P-7	29,91	70,09	0,00	4,29
AM5-P-14	39,62	60,38	0,00	3,05
AM5-P-21	36,58	63,42	0,00	3,39
AM5-P-28	66,79	33,21	0,00	1,91

Analisando-se a composição granulométrica da amostra AM5 purificada para os diferentes dias de repouso, observou-se que o diâmetro médio de partículas variou de 1,29 μm a 4,29 μm . Comparando-se esses valores com o da amostra natural, observou-se uma grande diminuição no diâmetro médio das partículas, cujo valor diminuiu de 5,49 μm para a amostra natural até 1,91 μm para a amostra AM5 purificada com 28 dias de repouso. O teor de fração areia para as amostras purificadas foi de 0,00%, enquanto para a amostra natural esse valor foi de 2,08%. O teor de silte também diminuiu com relação a mesma amostra natural. A amostra AM5-P-28 foi a que apresentou um maior teor de fração argila, sendo este valor de 66,79%.

Com relação aos dias de repouso observou-se que, para a maioria das amostras, os maiores valores de fração argila foram apresentados pelas amostras com 14 dias de repouso. De forma geral, observou-se aumento no teor de fração argila, diminuição do diâmetro médio de partículas e eliminação da fração areia, para as amostras purificadas, demonstrando a eficiência do processo de purificação.

As Tabelas 4.11 a 4.15 apresentam a comparação entre os resultados da composição química das argilas naturais e das amostras purificadas, para os diferentes dias de repouso.

Tabela 4.11. Composições químicas da amostra AM1 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.

Óxidos (%)	AM1	AM1-P-7	AM1-P-14	AM1-P-21	AM1-P-28
SiO ₂	48,7	45,1	45,3	54,8	45,1
Al ₂ O ₃	29,4	34,4	34,5	33,2	34,3
Fe ₂ O ₃	5,6	3,4	3,4	7,1	3,3
MgO	2,2	3,7	3,9	2,4	3,5
CaO	0,6	0,4	0,4	0,7	0,4
K ₂ O	0,4	0,3	0,3	0,5	0,3
TiO ₂	1,0	0,7	0,6	1,2	0,6
Outros	0,6	0,1	0,1	0,1	0,1
¹ PF	11,8	11,9	11,6	11,6	12,4

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Analisando os resultados apresentados na Tabela 4.11, observou-se uma redução no teor de SiO₂ das amostras purificadas, com exceção da amostra **AM1-P-21**, cujo valor foi superior ao da argila natural. Não houve mudança significativa nos valores de perda ao fogo (PF) das amostras purificadas quando comparadas com a argila natural, exceto para a amostra **AM1-P-28**, cujo valor de PF aumentou. Os teores de Al₂O₃ aumentaram após o processo de purificação, comprovando o aumento no teor de fração argila.

Tabela 4.12. Composições químicas da amostra AM2 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.

Óxidos (%)	AM2	AM2-P-7	AM2-P-14	AM2-P-21	AM2-P-28
SiO ₂	45,0	46,5	53,1	54,7	43,9
Al ₂ O ₃	28,1	29,8	33,9	33,1	35,4
Fe ₂ O ₃	6,1	6,9	8,4	7,1	3,8
MgO	1,8	1,8	2,1	2,5	3,5
CaO	0,2	0,2	0,1	0,7	0,1
K ₂ O	0,5	0,5	0,6	0,5	0,3
TiO ₂	1,1	1,5	1,6	1,2	0,8
Outros	0,3	0,2	0,2	0,2	0,1
¹ PF	16,9	12,6	11,2	12,5	12,2

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Para as amostras AM2 purificadas (Tabela 4.12), observou-se um aumento no teor de SiO₂ das amostras AM2-P-14 e AM2-P-21. Os valores de perda ao fogo (PF) das amostras purificadas foram inferiores ao da mesma argila natural. Os teores de Al₂O₃ aumentaram após o processo de purificação, comprovando o aumento no teor de fração argila.

Tabela 4.13. Composições químicas da amostra AM3 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.

Óxidos (%)	AM3	AM3-P-7	AM3-P-14	AM3-P-21	AM3-P-28
SiO ₂	53,7	46,7	47,1	50,3	49,6
Al ₂ O ₃	28,7	35,0	35,6	30,0	29,7
Fe ₂ O ₃	3,7	2,3	2,3	4,3	4,1
MgO	1,6	3,2	3,1	1,7	1,7
CaO	0,4	0,3	0,3	0,4	0,4
K ₂ O	0,5	0,4	0,4	0,6	0,5
TiO ₂	1,2	0,8	0,8	1,2	1,3
Outros	0,1	0,0	0,1	0,2	0,2
¹ PF	10,1	11,3	10,3	11,3	12,5

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Analisando-se a Tabela 4.11 observou-se uma redução no teor de SiO₂ das amostras purificadas, os valores de perda ao fogo (PF) das amostras purificadas aumentaram, em comparação com a argila natural. Os teores de Al₂O₃ aumentaram após o processo de purificação, comprovando o aumento no teor de fração argila.

Tabela 4.14. Composições químicas da amostra AM4 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.

Óxidos (%)	AM4	AM4-P-7	AM4-P-14	AM4-P-21	AM4-P-28
SiO ₂	51,2	50,4	50,6	45,9	46,0
Al ₂ O ₃	25,9	27,0	27,1	24,6	24,7
Fe ₂ O ₃	6,1	6,6	6,4	5,8	5,8
MgO	2,8	2,9	2,9	2,6	2,6
CaO	0,6	0,7	0,8	0,6	0,7
K ₂ O	0,9	0,6	0,6	0,6	0,6
TiO ₂	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9
Outros	0,4	0,1	0,4	0,1	0,2
¹ PF	11,3	10,7	10,4	10,0	10,4

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Para as amostras AM4 purificadas (Tabela 4.14), observou-se uma redução no teor de SiO₂ das amostras purificadas. Os valores de perda ao fogo (PF) das amostras purificadas foram inferiores ao da argila natural. Os teores de Al₂O₃ aumentaram para as amostras AM4-P-7 e AM4-P-14, após o processo de purificação, enquanto para as outras amostras esses valores foram superiores ao da amostra natural.

Tabela 4.15. Composições químicas da amostra AM5 natural e purificada para os diferentes dias de repouso.

Óxidos (%)	AM5	AM5-P-7	AM5-P-14	AM5-P-21	AM5-P-28
SiO ₂	48,4	47,7	49,0	47,4	47,2
Al ₂ O ₃	21,4	27,7	22,4	27,2	27,3
Fe ₂ O ₃	13,3	6,5	11,7	6,6	6,7
MgO	2,7	5,4	3,0	5,5	5,5
CaO	0,9	0,4	0,4	0,3	0,3
K ₂ O	1,9	1,2	1,9	1,2	1,2
TiO ₂	1,3	0,4	0,9	0,6	0,4
Outros	1,6	0,4	0,2	0,1	0,4
¹ PF	8,6	10,4	10,6	11,1	11,0

¹PF – Perda ao fogo determinada com a queima a 1000°C, após a devida secagem a 110°C.

Analisando os resultados apresentados na Tabela 4.15, observou-se uma redução no teor de SiO₂ das amostras purificadas, com exceção da amostra **AM5-P-14**, cujo valor foi superior ao da argila natural. Houve um aumento nos valores de perda ao fogo (PF) das amostras purificadas. Os teores de Al₂O₃ aumentaram após o processo de purificação, comprovando o aumento no teor de fração argila.

De forma geral, nas amostras purificadas ocorreu redução dos teores de SiO₂, Fe₂O₃ e K₂O que estão presentes nas frações mais grosseiras, e aumento do teor de Al₂O₃, que está relacionada ao aumento do teor de fração argila, MgO e PF (perda ao fogo) que se relaciona com a presença de matéria orgânica, comprovando a eficiência do processo de purificação. Os dias de repouso não se mostraram influentes nos resultados de composição química das argilas purificadas.

Os difratogramas de raios X das argilas purificadas para os diferentes dias de repouso estão apresentados na Figura 4.12.

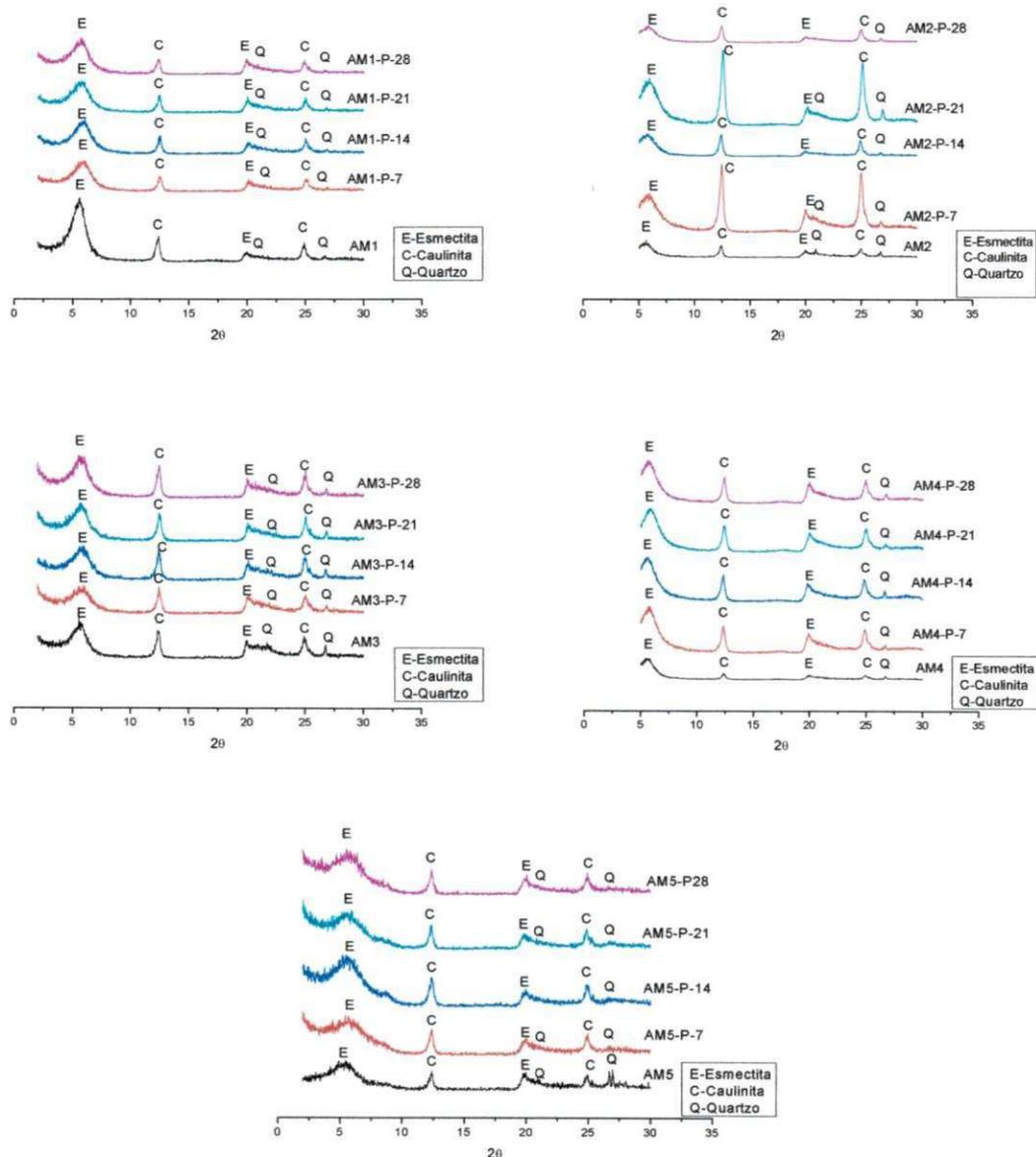


Figura 4.12. DRX das argilas purificadas para os diferentes dias de repouso e comparação com as amostras naturais.

Analisando-se os difratogramas observou-se que, as amostras apresentaram semelhantemente as seguintes fases mineralógicas: esmectita, caulinita e quartzo. Comparando-se os difratogramas das amostras purificadas com os das argilas naturais (antes da purificação), observamos que estas apresentaram picos semelhantes aos apresentados pelas argilas naturais.

Entretanto, houve aumento nos picos de caulinita para as amostras AM2-P-7 e AM2-P-21 purificadas com relação à amostra natural. De maneira geral, houve diminuição nos picos de quartzo para as amostras purificadas. Comprovando novamente a eficiência do processo de purificação por hidrociclonagem.

Nas Figuras 4.13 à 4.17 estão apresentadas as curvas de análises termogravimétricas e termodiferenciais das argilas purificadas para os diferentes dias de repouso. Estão apresentados apenas as curvas para 7 e 28 dias de repouso, visto que às demais amostras foram similares com relação aos dias de repouso. Observou-se que todas as amostras apresentaram picos endotérmicos entre 79,6°C e 91°C, relacionados à perda de água livre e adsorvida; picos endotérmicos entre 496,4°C e 503,7°C, provavelmente associados a desidroxilação dos argilominerais presentes nas amostras. Observou-se também picos exotérmicos entre 916,2°C e 947,8°C, possivelmente relacionados à nucleação de mulita, com liberação de quartzo β .

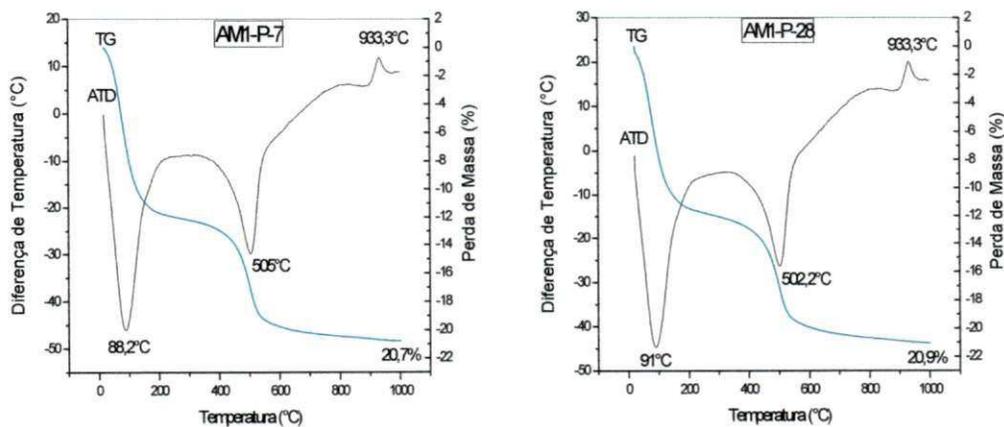


Figura 4.13. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM1 purificadas para os diferentes dias de repouso.

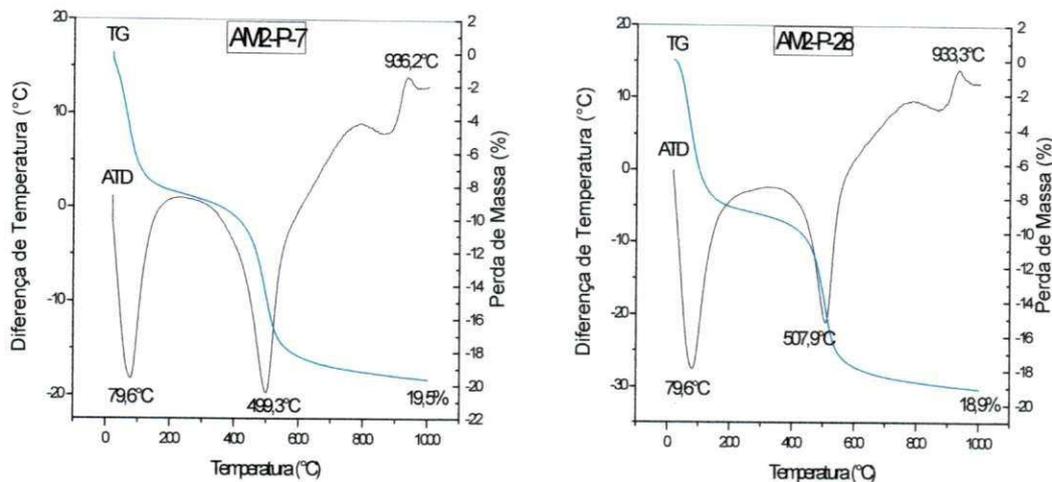


Figura 4.14. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM2 purificadas para os diferentes dias de repouso.

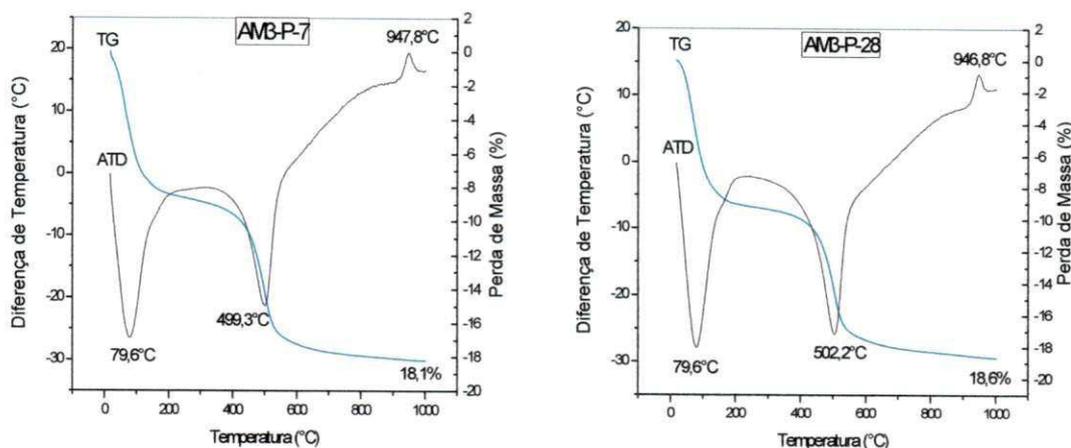


Figura 4.15. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM3 purificadas para os diferentes dias de repouso.

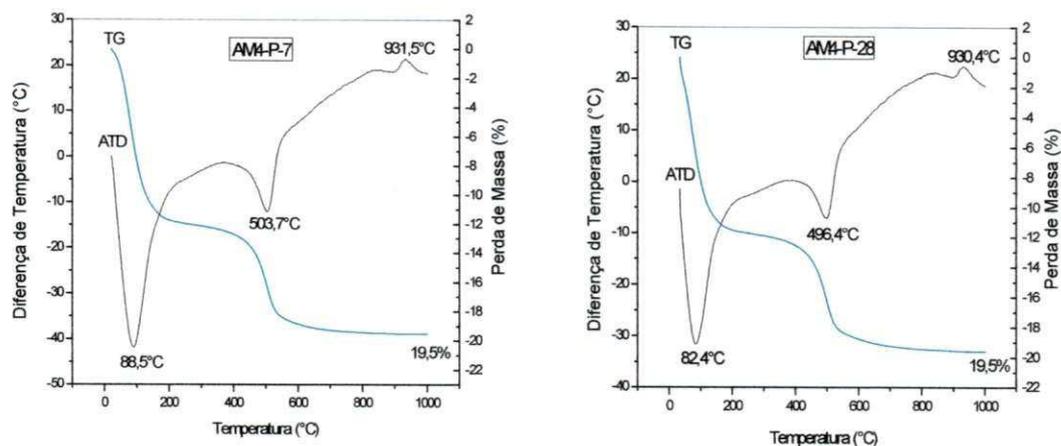


Figura 4.16. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM4 purificadas para os diferentes dias de repouso.

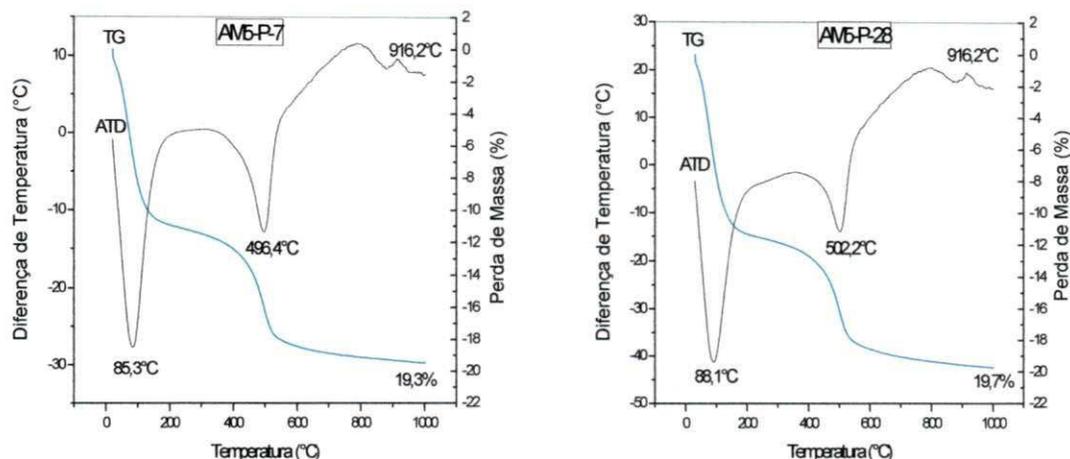


Figura 4.17. Análises termogravimétricas e termodiferenciais das amostras AM5 purificadas para os diferentes dias de repouso.

As curvas termogravimétricas evidenciaram que as amostras apresentaram perdas de massa entre 18,1%, para a amostra AM3-P-7, e 20,9%, para a amostra AM1-P-28, correspondente às perdas de água, de matéria orgânica e de hidroxila.

Não houve grande diferença de valores com relação aos dias de repouso. Comparando os resultados dos termogramas das amostras purificadas com os valores encontrados para as argilas antes da purificação (naturais) observou-se que os valores foram similares.

Nas Tabelas 4.16 a 4.20 e Figura 4.18 estão apresentadas as propriedades reológicas de viscosidade das argilas para os diferentes dias de repouso.

Tabela 4.16. Resultados das propriedades reológicas das amostras AM1 purificadas.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	10,0	3,0	10,2	20,6
	100	11,0	3,0	10,2	19,8
	125	14,3	2,5	10,8	20,9
	150	12,5	3,0	10,8	20,9
AM1-P-7	75	16,0	4,0	10,1	22,9
	100	18,2	3,0	10,2	22,9
	125	19,5	4,0	10,6	24,4
	150	22,0	3,0	10,9	27,2
AM1-P-14	75	19,7	3,5	10,5	28,7
	100	18,5	3,0	10,7	27,2
	125	18,2	3,5	10,8	27,2
	150	20,0	5,0	10,8	27,2
AM1-P-21	75	16,2	4,0	10,5	37,2
	100	21,0	4,0	10,6	30,1
	125	20,0	3,0	10,7	31,5
	150	21,5	3,0	10,9	30,1
AM1-P-28	75	17,7	3,5	10,0	27,2
	100	19,5	3,0	10,3	27,2
	125	18,5	3,0	10,4	27,2
	150	21,2	3,0	10,6	28,7

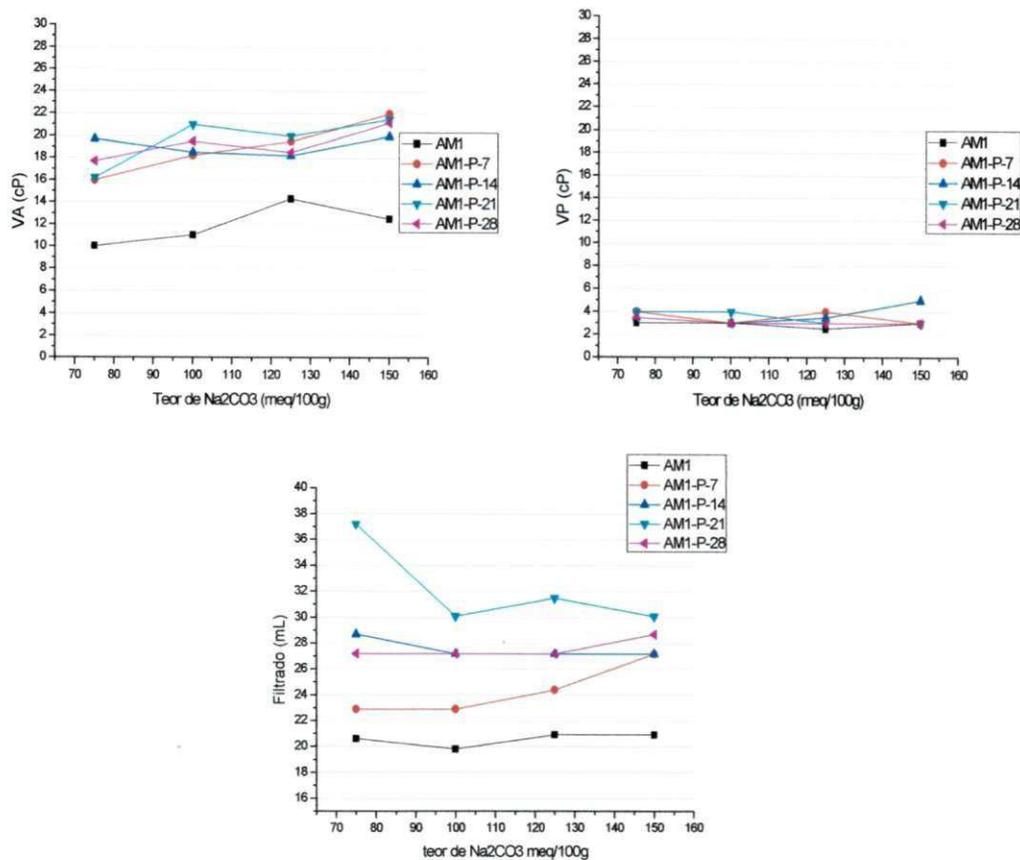


Figura 4.18. Propriedades reológicas das amostras AM1 purificadas.

Analisando a Tabela 4.16 e a Figura 4.18, verificou-se que os resultados de VP foram semelhantes com relação aos dias de repouso. Verificou-se que apenas as amostras AM1-P-7, AM1-P-21, com teor de 75meq/100g de argila seca, AM1-P-7, com teor de 125meq/100g de argila seca, AM1-P-14 com teor de 150meq/100g de argila seca, AM1-P-21 com teor de 100meq/100g de argila seca, atenderam as especificações da Petrobras (2011), que deve ser no mínimo 4cP. Para os valores de VA, as amostras purificadas apresentaram valores superiores aos das amostras naturais e dentro das especificações da Petrobrás (2011). Os valores de filtrado foram superiores aos da amostra natural, mas não atenderam as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no máximo 18mL.

Tabela 4.17. Resultados das propriedades reológicas das amostras AM2 purificadas.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM2	75	8,0	2,0	10,6	32,6
	100	12,0	2,5	10,7	33,8
	125	11,5	2,0	10,8	32,6
	150	11,0	2,5	10,9	33,5
AM2-P-7	75	19,5	2,0	10,0	24,4
	100	19,5	3,0	10,1	24,4
	125	17,5	2,0	10,1	28,7
	150	17,0	3,0	10,2	30,1
AM2-P-14	75	13,7	3,5	10,4	28,7
	100	16,5	3,0	10,3	27,2
	125	16,5	2,0	10,4	27,2
	150	15,0	2,0	10,9	28,7
AM2-P-21	75	17,0	3,0	10,2	28,7
	100	16,5	3,0	10,2	30,1
	125	17,0	2,0	10,4	30,1
	150	15,5	2,0	10,6	30,1
AM2-P-28	75	16,2	2,5	10,3	30,1
	100	14,0	2,0	10,6	31,5
	125	15,0	3,0	10,8	30,1
	150	15,0	2,0	10,8	30,1

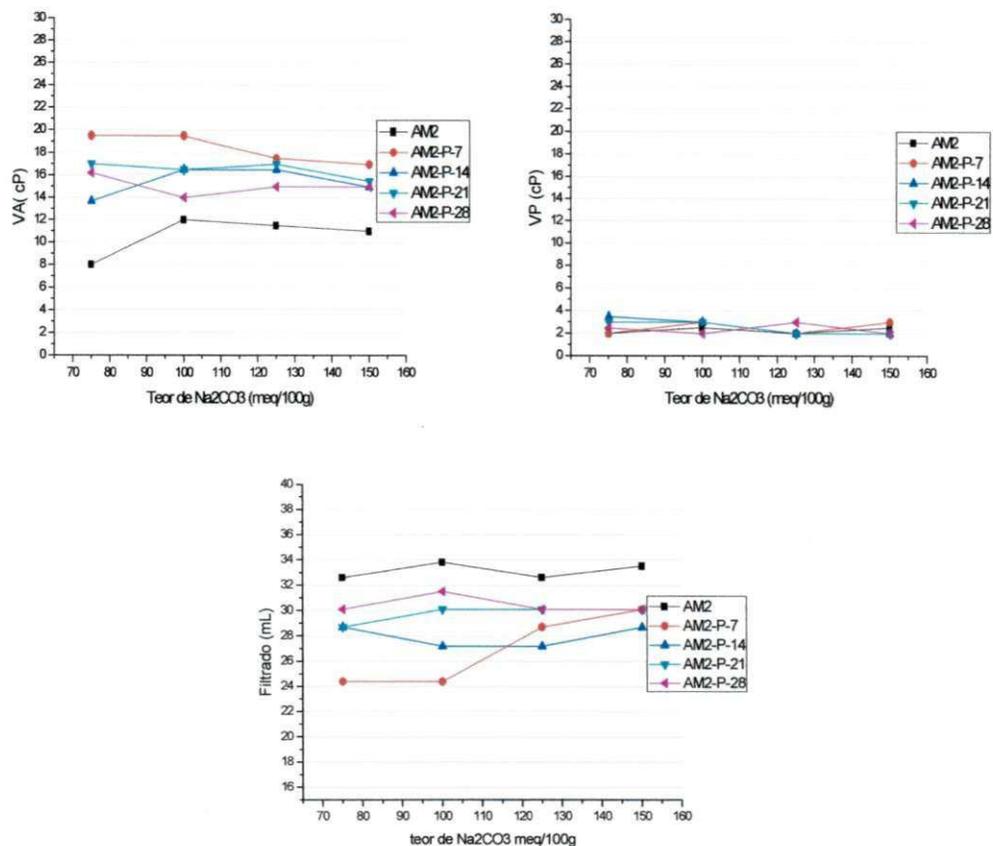


Figura 4.19. Propriedades reológicas das amostras AM2 purificadas.

Analisando a Tabela 4.17 e a Figura 4.19, verificou-se que os resultados de VP foram semelhantes com relação aos dias de repouso, e nenhuma das amostras atenderam as especificações da Petrobras (2011), que deve ser no mínimo 4cP. Para os valores de VA, as amostras purificadas apresentaram valores superiores aos das amostras naturais e dentro das especificações da Petrobrás (2011). Os valores de filtrado foram inferiores aos da amostra natural, mas não atenderam as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no máximo 18mL.

Tabela 4.18. Resultados das propriedades reológicas das amostras AM3 purificadas.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM3	75	5,0	2,0	10,5	26,1
	100	5,0	2,0	10,7	24,6
	125	5,5	2,0	10,9	24,8
	150	5,3	2,5	10,9	24,8
AM3-P-7	75	6,0	3,0	10,3	17,2
	100	6,5	3,0	10,7	17,2
	125	6,7	3,5	10,8	17,2
	150	7,0	3,0	10,9	17,2
AM3-P-14	75	7,0	3,0	10,7	21,5
	100	7,0	3,0	10,7	21,5
	125	7,5	3,0	10,8	22,9
	150	7,5	2,0	10,9	21,5
AM3-P-21	75	4,2	2,5	10,0	21,5
	100	5,0	3,0	10,0	22,9
	125	4,0	2,0	10,2	22,9
	150	4,5	3,0	10,3	22,9
AM3-P-28	75	6,5	3,5	10,0	22,9
	100	7,0	3,0	10,1	22,9
	125	7,5	3,0	10,4	21,5
	150	6,5	3,5	10,4	22,9

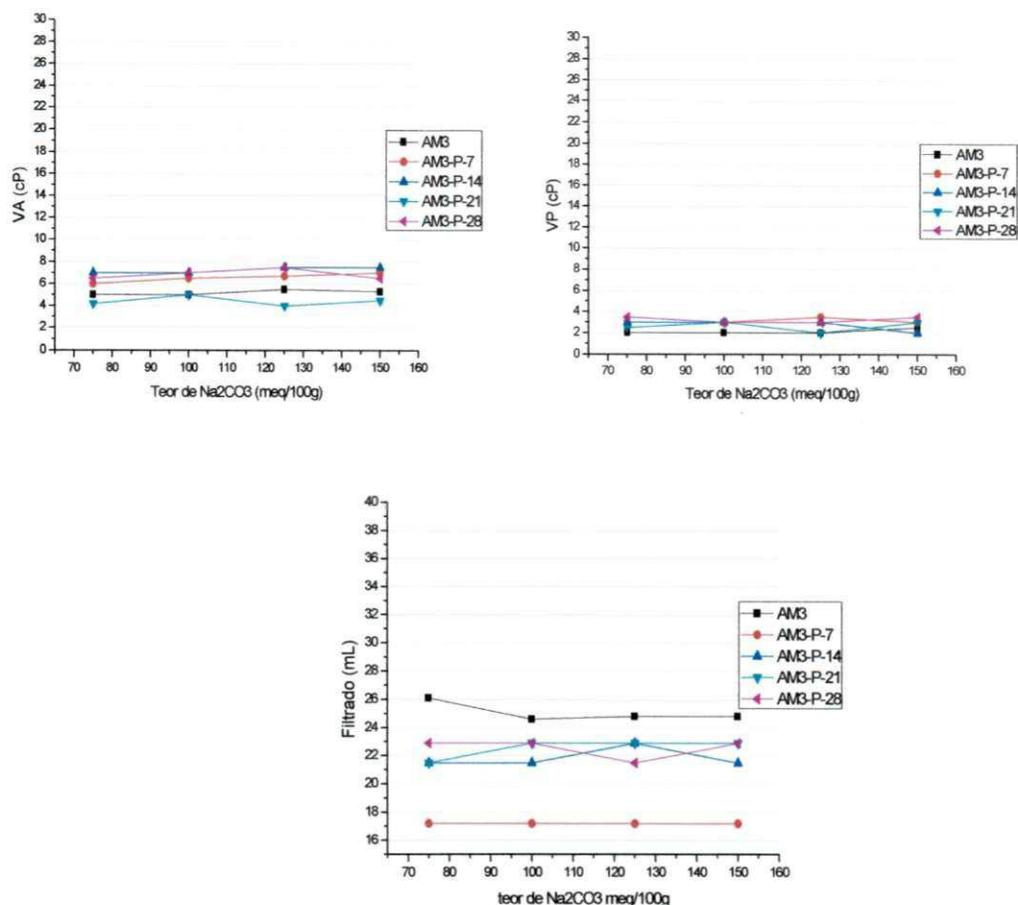


Figura 4.20. Propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.

Analisando a Tabela 4.18 e a Figura 4.20, verificou-se que os resultados de VP foram semelhantes com relação aos dias de repouso, e nenhuma das amostras atenderam as especificações da Petrobras (2011), que deve ser no mínimo 4cP. Para os valores de VA, a maioria das amostras purificadas apresentaram valores superiores aos das amostras naturais, entretanto, nenhuma delas atendeu as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no mínimo 15cP. Os valores de filtrado foram inferiores aos da amostra natural. As amostras purificadas com 7 dias de repouso atenderam as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no máximo 18mL.

Tabela 4.19. Resultados das propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM4	75	20,5	3,0	10,6	25,2
	100	20,5	3,0	10,6	27,2
	125	22,0	2,0	10,7	26,6
	150	22,3	2,5	10,8	26,1
AM4-P-7	75	27,5	2,0	10,1	24,5
	100	25,5	3,0	10,0	25,4
	125	25,5	2,0	10,0	25,2
	150	28,0	2,0	10,0	24,1
AM4-P-14	75	21,5	4,0	10,4	26,7
	100	26,0	3,0	10,5	25,5
	125	25,0	2,0	10,4	25,7
	150	27,5	1,0	10,2	24,2
AM4-P-21	75	24,0	2,0	10,0	25,9
	100	26,5	2,0	10,0	24,5
	125	27,8	2,5	10,2	24,7
	150	29,0	1,0	10,2	24,1
AM4-P-28	75	26,0	1,0	10,1	25,5
	100	23,0	3,0	10,0	25,7
	125	24,0	1,0	10,0	25,8
	150	25,0	3,0	10,2	25,3

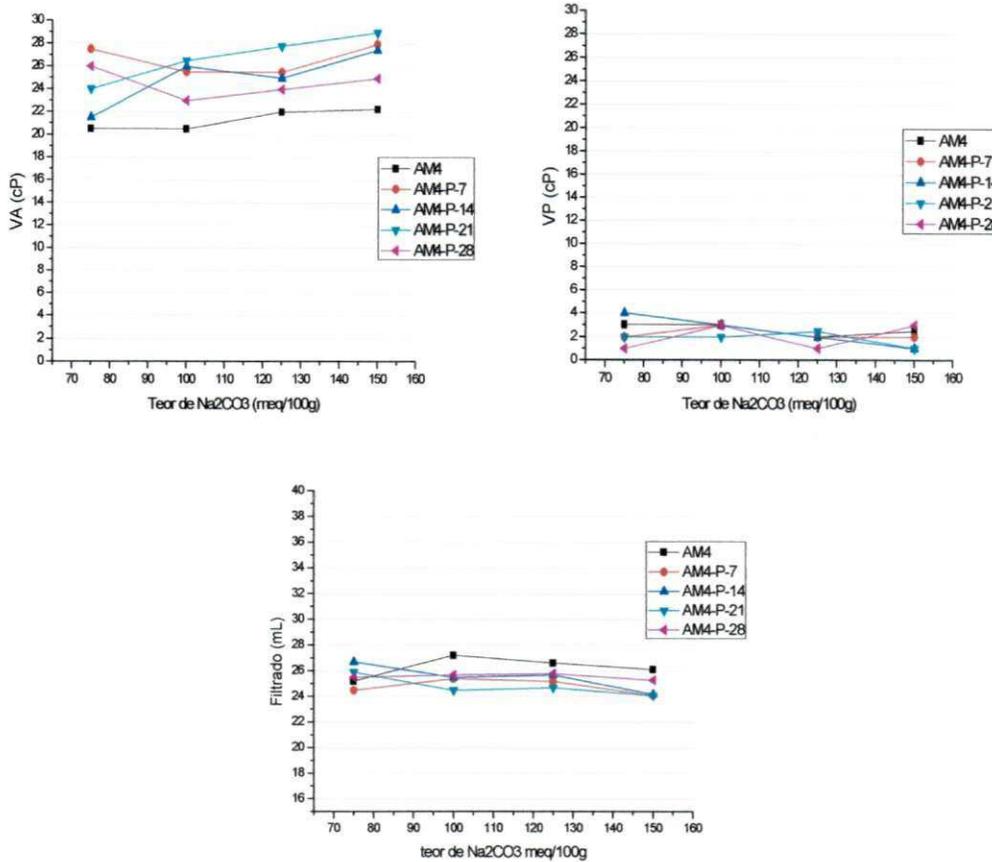


Figura 4.21. Propriedades reológicas das amostras AM4 purificadas.

Analisando a Tabela 4.19 e a Figura 4.21, verificou-se que os resultados de VP foram semelhantes com relação aos dias de repouso, e apenas a amostra AM4-P-14, com teor de 75meq/100g de argila seca, atendeu as especificações da Petrobras (2011), que deve ser no mínimo 4cP. Para os valores de VA, todas as amostras purificadas apresentaram valores superiores aos das amostras naturais, atendendo as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no mínimo 15cP. Com relação ao volume de filtrado, a maioria das amostras apresentaram valores superiores a amostra natural. Entretanto, nenhuma das amostras atenderam as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no máximo 18mL.

Tabela 4.20. Resultados das propriedades reológicas das amostras AM5 purificadas.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM5	75	5,8	2,0	10,7	28,7
	100	7,8	1,5	10,8	26,9
	125	8,5	2,0	10,8	30,4
	150	8,0	2,0	10,9	31,5
AM5-P-7	75	8,5	3,0	10,6	32,9
	100	9,0	2,5	10,6	31,5
	125	9,0	3,0	10,7	32,9
	150	9,5	3,0	10,8	33,6
AM5-P-14	75	8,0	3,0	10,7	35,8
	100	9,5	3,0	10,8	37,2
	125	10,0	3,0	10,8	35,8
	150	10,5	2,0	10,8	34,3
AM5-P-21	75	7,5	2,0	10,1	31,5
	100	8,5	2,0	10,6	31,5
	125	8,5	2,0	10,7	31,5
	150	9,2	2,5	10,8	30,1
AM5-P-28	75	10,0	2,0	10,6	30,1
	100	10,5	3,0	10,8	31,5
	125	11,5	3,0	10,8	30,1
	150	11,2	3,0	10,9	32,9

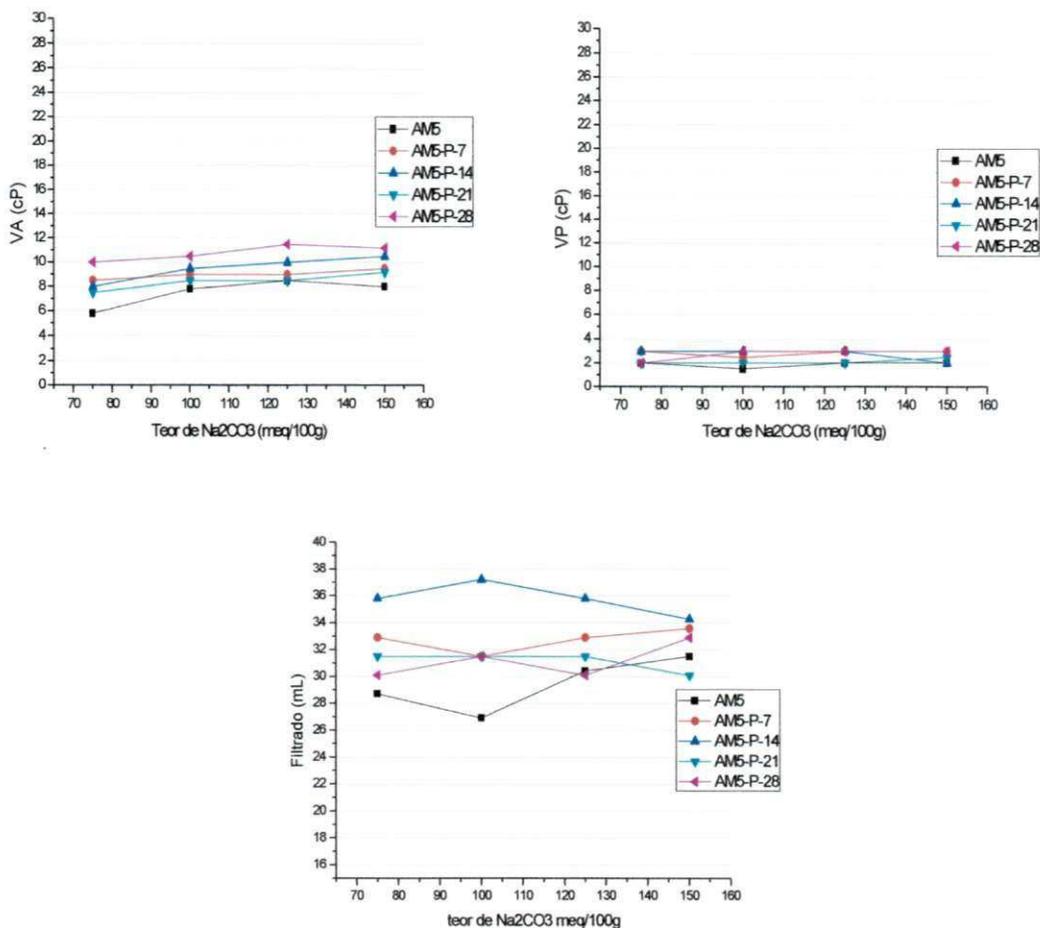


Figura 4.22. Propriedades reológicas das amostras AM5 purificadas.

Analisando a Tabela 4.20 e a Figura 4.22, verificou-se que os resultados de VP foram semelhantes com relação aos dias de repouso, e nenhuma das amostras atenderam as especificações da Petrobras (2011), que deve ser no mínimo 4cP. Para os valores de VA, as amostras purificadas apresentaram valores superiores aos da amostra natural, entretanto, nenhuma delas atendeu as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no mínimo 15cP. Os valores de filtrado foram superiores aos da amostra natural, e nenhuma das amostras atenderam as especificações da Petrobrás (2011), que deve ser no máximo 18mL.

Numa análise geral, os resultados foram satisfatórios, pois comprovaram a eficiência do processo de purificação por hidrociclonagem, visto que houve melhoria na VA da maioria das amostras, sendo os melhores resultados obtidos para as amostras AM1 e AM4 purificadas, e aumento na VP de

algumas amostras após a purificação, atendendo as normas da Petrobrás (2011) para uso em fluidos base água. Para os valores de pH, a maioria das amostras purificadas estão um pouco mais elevados do que a especificação da Petrobras (2011) que é no máximo 10,0. Entretanto, mesmo após o processo de purificação as amostras AM3 e AM5 não apresentaram resultados reológicos satisfatórios.

Numa análise conjunta dos resultados de caracterização e propriedades reológicas das amostras purificadas observou-se que, o processo de purificação mostrou-se eficiente para eliminação das frações mais grosseiras, correspondente a presença de minerais acessórios, melhorando consideravelmente as propriedades reológicas das amostras.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSÕES

Após estudos das argilas esmectíticas naturais e após purificação por hidrociclonagem podemos concluir que:

- os ensaios de caracterização evidenciaram que as amostras apresentaram na sua composição mineralógica os argilominerais do grupo da esmectita, com a presença de minerais acessórios, principalmente na forma de quartzo, podendo ser denominada de bentonita;
- antes da purificação a amostra AM4 natural foi a única que apresentou valores de VA dentro das especificações da Petrobrás. As demais argilas podem alcançar tais resultados com a adição de aditivos industriais, de acordo com estudos anteriores.
- com relação a análise térmica, observou-se que os valores foram semelhantes para as argilas naturais e purificadas para os diferentes dias de repouso;
- com base nos resultados de granulometria, verificou-se que, para a maioria das amostras, os maiores valores de fração argila foram apresentados pelas amostras com 14 dias de repouso. Observou-se aumento no teor de fração argila, diminuição do diâmetro médio de partículas e eliminação da fração areia, para as amostras purificadas;
- de acordo com os resultados das propriedades reológicas, observou-se um aumento na viscosidade aparente (VA) para as argilas purificadas. Assim como também, aumento de VP de algumas amostras após purificação, adequando-se as normas da Petrobrás (2011) para uso em fluidos de perfuração base água;

De forma geral, o sistema de purificação por hidrociclonagem mostrou-se eficiente para a retirada das frações mais grosseiras. Resultados comprovados através da análise granulométrica, que mostrou um aumento no teor de fração abaixo de $2\mu\text{m}$ e eliminação da fração areia. Através dos DRX, observou-se diminuição nos picos de quartzo, bem como a melhoria nas

propriedades reológicas das amostras estudadas, verificadas pelos valores apresentados de VA e VP, após purificação.

CAPÍTULO 6

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Buscando contribuir com pesquisas futuras que permitam a extensão deste trabalho de dissertação, podem ser sugeridas as seguintes pesquisas:

1. Aditivar as argilas com outros aditivos para melhorar as propriedades reológicas das argilas;
2. Estudar as configurações mais adequadas do hidrociclone para o processo de purificação;
3. Estudar, através da técnica de planejamento experimental, a melhor modelagem para as configurações do hidrociclone, com o intuito de melhorar o processo de purificação.

CAPÍTULO 7

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMORIM, L. V.; GOMES, C. M.; SILVA, F. L. H.; FERREIRA, H. C. Comportamento reológico de dispersões de argilas bentoníticas: efeitos do tipo de ferramenta, velocidade e tempo de agitação. *Cerâmica*. V. 48, n. 308, p. 234-238, 2002.

AMORIM, L. V. **Melhoria, proteção e recuperação da reologia de fluidos hidroargilosos para uso na perfuração de poços de petróleo**. 2003. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia de Processos), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

AMORIM, L. V.; GOMES, C. M.; LIRA, H. L., FRANÇA, K. B., FERREIRA, H. C., Bentonites from Boa Vista, Brazil: Physical, mineralogical and rheological properties, *Materials Research*, v. 7, n. 4, p. 585-593, 2004.

ARANHA, I. B.; OLIVEIRA, C. H.; NEUMANN, R.; ALCOVER NETO, A.; LUZ, A. B. Caracterização Mineralógica de Bentonitas Brasileiras. In.: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. Anais. Recife V. 1, 2002.

ARANHA, I. B.; OLIVEIRA, C. H.; NEUMANN, R.; NETO, A. A.; MUNAYCO, P.; SCORZELLI, R. B.; GIL, R. A. S. S. Caracterização Mineralógica de uma Bentonita da Mina Bravo, Boa Vista, Paraíba. In.: Arquivos do Museu Nacional, Rio de Janeiro, v. 65, n. 2, p. 225-234, 2007.

ARANHA, I. B. **Preparação, caracterização e propriedades de argilas organofilicas**. 2007. 155 p. Tese (Doutorado), Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

BARBOSA, M. I. R.; AMORIM, L. V.; BARBOZA, R. A.; FERREIRA, H. C. Desenvolvimento de compósitos bentonita/polímeros para aplicação em fluidos de perfuração. *Matéria (Rio J.)*, Rio de Janeiro, v. 12, n.2, 2007. Disponível em http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S151770762007000200015&lng=pt&nrm=iso. Acessos em: 08 fevereiro de 2013.

BATISTA, A. P. S., **Caracterização de Argilas Bentonitas de Cubati-PB Visando sua Aplicação em Fluidos de Perfuração Base Água**. 2010. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, PB.

BERTOLINO, L. C.; LUZ, A. B.; TIMÓTEO, D. M. O.; TONNESEN, D. A.; PEÇANHA, E. R. Caracterização mineralógica e estudos de beneficiamento da bentonita de Pedra Lavrada – PB. ANAIS DO II SIMPÓSIO DE MINERAIS INDUSTRIAIS DO NORDESTE. Campina Grande, Brasil, 2010.

BOYLU, F., ÇINKU, K., ESENLİ, F., ÇELİK, M. S., The separation efficiency of Na-bentonite by hydrocyclone and characterization of hydrocyclone products.

CARDOSO, M.A.F.

Purificação de argilas bentoníticas de novos depósitos do município de Pedra Lavrada – PB, para uso em fluidos de perfuração

International Journal of Mineral Processing v. 94, 196–202, 2010. Disponível em: www.elsevier.com/locate/ijminpro. Acesso em: 14 de Abril de 2013.

CABELLO, F.P. **Riegos localizados de alta frecuencia: goteo, microaspersión, exudación**. 3rd ed. Madri: Mundi-Prensa, 1996. 513p.

CAMPOS, L. F. A. **Composições de argilas bentoníticas para utilização em fluidos de perfuração de poços de petróleo**. 2007. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia de Processos), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande.

CARRERA, M. M., VARAÍÃO, A. F. D. C., GONÇALVES, M. A., Caracterização mineralógica das argilas da Península de Santa Elena, Equador. **REM: Revista Escola de Minas**, v. 61, n. 1, p. 97-105, 2008.

CHU, L.Y.; CHEN, W.M.; LEE, X.Z. Enhancement of hydrocyclone performance by controlling the inside turbulence structure. **Chemical Engineering Science**, Amsterdam, v.57, n.1, p.207- 212, 2002.

COSTA, J. M. R.; VITORINO, I. J. F.; SILVA, I. A.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Obtenção de argilas organofílicas purificadas através de tensoativos visando usos em bases orgânicas. In: 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, 11, 2010, Campos do Jordão, Brasil. p. 336-343.

COSTA, J. M. R., SILVA, I. A., FERREIRA, H. S., MENEZES, R. R., NEVES, G. A., FERREIRA, H. C. **Obtenção de argilas organofílicas purificadas através de tensoativos iônicos e não iônicos visando uso em fluidos de perfuração base óleo**. **Cerâmica**. V.58, 419-435, 2012.

DAI, G.Q.; LI, J.M.; CHEN, W.M. Numerical prediction of the liquid flow within a hydrocyclone. **Chemical Engineering Journal**, Lawrence, v.74, n.3, p.217-223, 1999.

DARLEY, H. C. H., GRAY, G. R. **Composition and properties of drilling and completion fluids**, 5th ed, Houston, Gulf Publishing Company, 1988, 553p.

FERRAZ, A. I., **Manual de engenharia dos fluidos de perfuração**, Divisão Magcobar, Grupo Oilfield Products Dresser Industries, INC. Houston, Texas, 1977.

FERREIRA, H. C.; CHEN, T.; ZANDONADI, A. R. & SOUZA SANTOS, P. Correlações lineares entre áreas específicas de caulins determinadas por diversos métodos – aplicação a alguns caulins do nordeste brasileiro (estados da Paraíba e Rio Grande do Norte). **Cerâmica**. v. 18, n. 71, 333, 1972.

FERREIRA, H. S., **Obtenção de argilas organofílicas purificadas para uso em fluidos de perfuração base óleo**, Dissertação de Mestrado apresentada ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de

Campina Grande, Novembro de 2005.

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*. v. 54, n. 329, p. 77-85, 2008.

FERREIRA, H. S. **Otimização do Processo de Organofilização de Bentonitas Visando seu Uso em Fluidos de Perfuração não Aquosos**. 2009. Tese de Doutorado apresentada ao (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande.

FLORENCIO, R.V.S; SELMO, S.M.S., **Estudo comparativo de granulometria a laser para fins da reciclagem de resíduos de construção e demolição**. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais - 17^oCBECIMat, 15 a 19 de novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

GUNGOR, N. Effect of the adsorption of surfactants on the rheology of Na-bentonite slurries. *Journal of Applied Polymer Science*. 75, p. 107-110, 2000.

HANNA, R. A.; LAGE, M.; SANTOS, P. S.; COELHO, A.C.V. Propriedades reológicas das bentonitas de franca-sp com a adição de polieletrólitos. In: 17^o CBECIMat - CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 11, 2006, Foz do Iguaçu. Brasil, 2006. p. 1584-1595.

JAMES, O. O., M. ADEDIRAN MESUBI, F. A. ADEKOLA, E. O. ODEBUNMI, J. I. D. ADEKEYE. Beneficiation and characterization of a bentonite from north-eastern Nigeria. *Journal of the North Carolina Academy of Science*. V. 124 (4), p. 154-158, 2008.

LUMMUS, J. L., AZAR, J. J., *Drilling fluids optimization a practical field approach*, Tulsa, PennWell Publishing Company, 1986, 50p.

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; ARAÚJO NETO, M. A. UBM – União Brasileira de Mineração. In.: *Usinas de Beneficiamento de Minérios do Brasil*. João A. Sampaio, Adão B. Luz, e Fernando F. Lins (Editores), CETEM-MCT, p. 371-376, 2001.

LUZ, A. B.; OLIVEIRA, C. H. **Bentonita**. In: *Rochas e Minerais Industriais – CETEM*, p. 217 – 230, 2005.

LUZ, A. B.; OLIVEIRA, C. H. **Argilas – Bentonita**. In.: *Rochas e Minerais Industriais – Usos e Especificações*. Adão B. Luz.; Lins e Fernando F. Lins. (Editores), CETEM-MCT, p.239-253, 2008.

MARTINS, A. B.; FERREIRA, H. S.; FERREIRA, H. C.; NEVES, G. de A. Desenvolvimento de argilas bentoníticas organofilizadas para uso em fluidos não aquosos de baixo conteúdo aromático. In: 4^o PDPETRO, 10, 2007, Campinas, Brasil. p. 1-10.

MARTINS, A. B. **Uso de um Hidrociclone para Purificação de Esmectitas**. 2009. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, PB.

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, 2009(a).

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.163-169, 2009(b).

MULAR, A. L. E JULL, N. A. **Cyclone classifiers, pumps and pump boxes for grinding circuits**. In Mular, A. L. e Bhappu, R. B. (Ed.) *Mineral processing plant design*. 2nd Edition. Society of Mining Engineers. New York, 1980.

MULAR, A. L. Size separtion. In: Fuerstenau, M. C. Han, K. N. (Ed.) **Principles of mineral processing**. *SME*, p.119-172, 2003.

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. *Cerâmica*. V. 56, p. 179-187, 2010.

OTHON, C. A. C., JOSÉ, R. Z., Eficiência de um hidrociclone de geometria "Rietema para pré-filtragem de água para irrigação. *Eng. Agríc. Jaboticabal*, v. 30, n. 4, p. 637-645, 2010.

PETROBRAS, **Ensaio de viscosificante para fluidos base água na exploração e produção de petróleo, EP-1EP-00011-A**, 2011.

PORTO, J. P. P.; ARANHA, I. B. Caracterização Cristalquímica Preliminar de Bentonitas Brasileiras. *Anais da JIC*, 2010.

ROVINSKY, L.A. Application of separation theory to hydrocyclone design. *Journal of Food Engineering*, London, v.26, n.2, p.131-146, 1995.

SAMPAIO, J. A., OLIVEIRA, G. P., SILVA, A. O. Ensaio de classificação em hidrociclone. *CETEM*. Capítulo 7, p. 139-154. Rio de Janeiro, Novembro de 2007.

SANTOS, J. N., ARAÚJO, F. C., Processamento de Lamas de perfuração, Instituto de Engenharia de Produção e Gestão, UNIFEI, Disponível em: <http://www.epr.unifei.edu.br>. Acesso em 08/06/2009.

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 (REMAP)*. v. 3, n. 2, p. 26-35, 2008.

SILVA, I. A. da; COSTA, J. M. R.; CARDOSO, M. A. F.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Estudo das argilas esmectíticas do município de pedra lavrada-pb para uso em fluidos de perfuração base água. In: 55º Congresso Brasileiro de Cerâmica – CBC, 05, 2011, Porto de Galinhas, Brasil.

SOCCOL, O.J.; BOTREL, T.A.; GERVÁSIO, E.S.; ULLMANN, M.N. Avaliação de um hidrociclone de “Rietema” para remoção de areia da água de irrigação. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.9, n.4, p.464-468, 2005.

SOUZA SANTOS, P. **Tecnologia de argilas**. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 1992.

SOUZA, F.J.; VIEIRA, L.G.M.; DAMASCENO, J.J.R.; BARROZO, M.A.S. Analysis of the influence of the filtering medium on the behaviour of the filtering hydrocyclones. **Powder Technology**, New York, v.117, p.259-267, 2000.

SUMÁRIO MINERAL 2009 a 2011. Brasília: DNPM, 2011.

TONNESEN, D. A., LUZ, A. B., BERTOLINO, L. C., Caracterização e beneficiamento das bentonitas dos novos depósitos de Cubati e Pedra Lavrada-PB. Anais do II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste, CETEM/UFPE, Campina Grande, p. 31-38, 2010. Disponível em: http://www.cetem.gov.br/publicacao/serie_anais_XVIII_jic_2010/Diego_Tonnesen.pdf. Acesso em: 06 de Maio de 2012.

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**, Ano 28, v. 1, 2012.

VALENZUELA DÍAZ, F. R., SOUZA SANTOS, P.; SOUZA SANTOS, H. A Importância das argilas industriais brasileiras. **Química Industrial**. 42, pg. 33-37, 1992.

VIEIRA, L.G.M. **Otimização dos processos de separação em hidrociclones filtrantes**. 2006. 298 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

WHALLEY, W. R.; MULLINS, C.E., Effect of saturating cation on tactoid size distribution in bentonite suspensions. **Clay Minerals** (1991), 26, 11-17.