

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

**ESTUDOS DE NOVAS JAZIDAS DE ARGILAS BENTONÍICAS
DO ESTADO DA PARAÍBA, VISANDO SEU USO EM FLUIDOS
DE PERFURAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO**

IVNA DANIELE SOUZA PEREIRA

Campina Grande

Agosto/2014

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

**ESTUDOS DE NOVAS JAZIDAS DE ARGILAS BENTONÍTIAS
DO ESTADO DA PARAÍBA, VISANDO SEU USO EM FLUIDOS
DE PERFURAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO**

IVNA DANIELE SOUZA PEREIRA

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. Romualdo Rodrigues Menezes

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande

Agosto/2014

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

P436e

Pereira, Ivna Daniele Souza.

Estudo de novas jazidas bentoníticas do Estado da Paraíba, visando seu uso em fluidos de perfuração de poços de petróleo / Ivna Daniele Souza Pereira. – Campina Grande, 2014.

89 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2014.

"Orientação: Prof. Dr. Gelmires de Araújo Neves, Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes".

Referências.

1. Fluidos de Perfuração. 2. Bentonita. 3. Reologia. I. Neves, Gelmires de Araújo. II. Menezes, Romualdo Rodrigues. III. Título.

CDU 622.24(043)

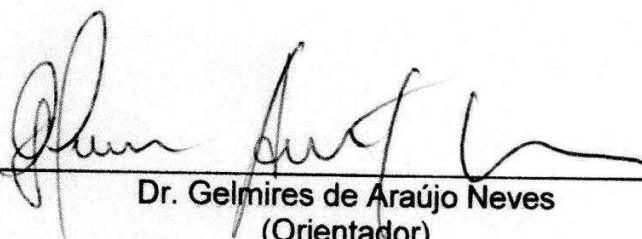
VITAE DA CANDIDATA

Engenheira de Materiais pela Univesidade Federal de Campina Grande- UFCG
(2012)

**ESTUDOS DE NOVAS JAZIDAS DE ARGILAS BENTONÍICAS
DO ESTADO DA PARAÍBA, VISANDO SEU USO EM FLUIDOS
DE PERFURAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO**

IVNA DANIELE SOUZA PEREIRA

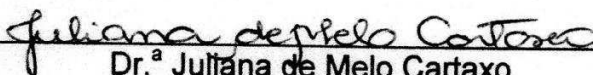
Dissertação Aprovada em 29/08/2014 pela banca examinadora
constituída dos seguintes membros:



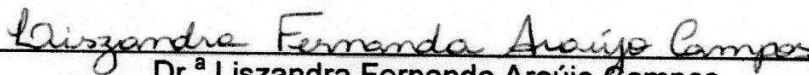
Dr. Gelmires de Araújo Neves
(Orientador)
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr. Romualdo Rodrigues Menezes
(Orientador)
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr.ª Juliana de Melo Cartaxo
(Examinadora Externa)
PNPD/UFCG



Dr.ª Lizandra Fernanda Araújo Campos
(Examinadora Externa)
DEMat/UFPB

Dedico esta dissertação aos meus pais, minha irmã e amigos.

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela proteção em todos os momentos, pela saúde e coragem e principalmente por permitir alcançar meus ideais e ajudar-me a suportar as provações e superar as dificuldades da vida.

Aos meus pais, Lucia e Luciano, pela confiança, pelo incentivo e por acreditar em meu potencial.

A minha irmã, Livia, pela paciência e por toda a ajuda.

A toda a minha família, que de uma forma ou de outra, contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional.

A todos os meus amigos, que sempre estiveram presentes na minha vida acadêmica e me apoiaram nas horas mais difíceis.

Ao meu orientador, Prof. Gelmires de Araújo Neves e Prof. Romualdo Rodrigues Menezes, pelo incentivo no trabalho e pelos conhecimentos adquiridos.

A Mirtys, Isabelle, Julliana Marques, Juliana Melo, Wherllyson, Flavinha, Dona Wilma, Valéria, Sileide, Danúbia, Aluska, Neyber, Marquinhos, Paula, Valmir 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 que, de alguma forma colaboraram para a concretização desse trabalho, muito obrigada.

ESTUDOS DE NOVAS JAZIDAS DE ARGILAS BENTONÍTIICAS DO ESTADO DA PARAÍBA, VISANDO SEU USO EM FLUIDOS DE PERFURAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO

RESUMO

No Estado da Paraíba há grandes ocorrências de minerais não metálicos principalmente de argilas bentoníticas, *ball clays*, caulins, feldspatos, quartzo, calcários e micas. Recentemente foram descobertos novos depósitos de argilas no município de Sossego, propiciando assim, uma expectativa de ampliação de insumos minerais na região. Assim, este trabalho tem por objetivo caracterizar física, mineralógica e tecnologicamente argilas esmectíticas do Município de Sossego, PB, Brasil, para uso em fluidos de perfuração. Para tanto, as argilas foram beneficiadas e caracterizadas através das seguintes técnicas: granulometria a laser (AG), difração de raios-X (DRX), análise química (EDX), capacidade de troca de cátions (CTC), análise termogravimétrica (TG) e térmica diferencial (DTA). Em seguida as argilas foram transformadas em sódicas por meio de tratamento com carbonato de sódio (Na_2CO_3), hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆ nos teores: 75, 100, 125 e 150 meq/100g de argila seca, além de serem ativadas com as combinações de (Na_2CO_3) e óxido de magnésio (MgO), em seguida realizou-se o estudo do comportamento reológico das dispersões no intuito de determinar viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH. Os resultados mostraram que as argilas estudadas eram constituídas de esmectítica, caulinita e quartzo, apresentando teores de MgO e CaO, evidenciando que são bentonitas policatiônicas. Com relação ao uso das argilas como agente viscosificante para fluidos de perfuração, observou-se que as amostras de AM2 ativadas com Na_2CO_3 atenderam parcialmente as especificações necessária para uso em fluidos de perfuração base água. Já as amostra ativadas com (NaPO_3)₆ não desenvolveram melhoria nas suas característica reológicas, logo seu uso como fluido de perfuração não é viável. A combinação de Na_2CO_3 e de MgO produziu um melhoramento nas propriedades dos fluidos produzidos, demonstrando ser aplicável na perfuração de poços.

Palavras-chave: bentonita, reologia, caracterização, fluidos de perfuração.

STUDIES OF NEW BENTONITE DEPOSITS OF PARAÍBA STATE, FOR USE OF DRILLING FLUIDS OF THE OIL WELLS

ABSTRACT

In Paraíba's large occurrences of non-metallic minerals mainly of bentonite clays, ball clays, kaolin, feldspar, quartz, limestone and mica. Recently discovered new deposits of clays in the city of Sossego, providing an expected expansion of mineral inputs in the region. This work aims to characterize physical, mineralogical and technologically smectite clays Municipality Sossego, PB, Brazil, for use in drilling fluids. For both, the clays were processed and characterized by the following techniques: laser granulometry (AG), X-ray diffraction (XRD), chemical analysis (EDX), cation exchange capacity (CEC), thermogravimetric analysis (TG) and differential thermal analysis (DTA). The clays were then transformed into sodic by treatment with sodium carbonate (Na_2CO_3), sodium hexametaphosphate (NaPO_3)₆ in levels: 75, 100, 125 and 150meq / 100g of dry clay, and being activated with combinations (Na_2CO_3) and magnesium oxide (MgO), then held up the study of the rheological behavior of the dispersions in order to determine apparent viscosity (VA), plastic viscosity (PV), filtrate volume and pH. The results showed that the clays of smectite were formed, kaolinite and quartz, with MgO and CaO contents, showing that bentonites are polycationic. Regarding the use of clays as viscosity agent for drilling fluids, it was observed that the samples activated with Na_2CO_3 AM2 partially met the necessary for use in water based drilling fluids specifications. As for the sample activated to (NaPO_3)₆ did not develop improvement in rheological characteristic, then its use as drilling fluid is not feasible. The combination of Na_2CO_3 and MgO produced an improvement in the properties of the produced fluids, proving to be applicable in drilling wells

Keywords: bentonite, rheology, characterization, drilling fluids.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	i
RESUMO.....	ii
ABSTRACT.....	iii
SUMÁRIO.....	iv
LISTA DE TABELAS.....	vi
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xi
CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO	1
1.1 OBJETIVO GERAL	2
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
CAPÍTULO 2: REVISÃO DA LITERATURA	4
2.1 Argilas Bentoníticas	4
2.2 Fluidos de Perfuração	7
2.3 Estado da Arte	11
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1 Materiais	19
3.2 Metodologia	20
3.2.1 Beneficiamento e Caracterização das Argilas Bentoníticas	21
3.2.1.1 Análise Granulométrica por Difração de Laser (AG)	21
3.2.1.2 Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX).....	21
3.2.1.3 Difração de Raios X (DRX)	22
3.2.1.4 Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica (DTA e TG).....	22
3.2.2 Transformação das argilas bentoníticas naturais policatiônicas em sódica.....	23
3.2.2.1 Ativação com carbonato de sódio (Na ₂ CO ₃) e hexametáfosfato de sódio (NaPO ₃) ₆	23
3.2.3 Preparação das Dispersões.....	24
3.2.4 Estudo Reológico.....	24
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	26

4.1 Caracterizações físico-mineralógica.....	26
4.2 Propriedades reológicas	44
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES	70
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	71
CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS	72
ANEXO	80

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Identificação das amostras estudadas	19
Tabela 4.1: Composição granulométrica das argilas estudadas	28
Tabela 4.2: Composições químicas (%) das argilas estudadas.	29
Tabela 4.3: Capacidade de troca de cátions das amostras estudadas.....	43
Tabela 4.4: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das dispersões argila-água.....	44
Tabela 4.5: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das amostras ativadas com carbonato de sódio.....	80
Tabela 4.6: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das bentonitas ativadas com hexametáfosfato de sódio.....	81
Tabela 4.7: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C.....	82
Tabela 4.8: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO obtido da calcinação de MgOH a 1000°C.....	83
Tabela 4.9: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C.....	84
Tabela 4.10: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação do MgOH a 1000°C.....	85
Tabela 4.11: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO obtido da calcinação de Mg(OH) ₂ a 800°C.....	86

Tabela 4.12: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$	87
Tabela 4.13: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$	88
Tabela 4.14: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas adicionadas a 4% de $MgOH$ calcinado a $800^\circ C$ e Na_2CO_3	89

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Representação esquemática da estrutura das lamelas de uma esmectita dioctaédrica (OLIVEIRA, 2012).	4
Figura 2.2: Representação da hidratação da montmorilonita cálcica e da montmorilonita sódica (Adaptado de MARTINS, 2009).	6
Figura 3.1: Fluxograma da metodologia utilizada nesse estudo	20
Figura 4.2: Histograma da distribuição granulométrica das argilas estudadas. 27	
Figura 4.3: Curva de análises termogravimétrica e térmica diferencial de AM1.....	30
Figura 4.4: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM2 .31	
Figura 4.5: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM3 .32	
Figura 4.6: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM4 .32	
Figura 4.7: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM5 .33	
Figura 4.8: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM6 .34	
Figura 4.9: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM7 .34	
Figura 4.10: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM8.....	35
Figura 4.11: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM9.....	36
Figura 4.12: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM10... ..	37
Figura 4.13: DRX das argilas AM1 e AM2 naturais e tratadas com etileno glicol.....	38
Figura 4.14: DRX das argilas AM3 e AM4 naturais e tratadas com etileno glicol.....	39
Figura 4.15: DRX das argilas AM5 e AM6 naturais e tratadas com etileno glicol.....	40
Figura 4.16: DRX das argilas AM7 e AM8 naturais e tratadas com etileno glicol.....	41
Figura 4.17: DRX das argilas AM9 e AM10 naturais e tratadas com etileno glicol.....	42

Figura 4.18: Propriedades reológicas das amostras ativadas com Na_2CO_3 : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH.....	46
Figura 4.19: Propriedades reológicas das amostras ativadas com hexametáfosfato de sódio : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH.....	49
Figura 4.20: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) Ph.....	51
Figura 4.21: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO obtido da calcinação de MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH	54
Figura 4.22: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica ; (c) Volume de Filtrado e (d)pH.....	56
Figura 4.23: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação do MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica e (c) Volume de Filtrado e (d) pH	58
Figura 4.24: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO obtido da calcinação de Mg(OH)_2 a 800°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH	61
Figura 4.25: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% óxido de magnésio obtido da calcinação de Mg(OH)_2 a 800°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica ; (c) Volume de Filtrado e (d) pH	64
Figura 4.26: Propriedades reológicas bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de Mg(OH)_2 a 800°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH	66

Figura 4.27: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH.....68

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

AG – Análise granulométrica por difração de laser

C – Caulinita

Ca – Calcita

cP – Centipoise

CTC – Capacidade de troca de cátions

DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral

DTA- Análise térmica diferencial

DRX – Difração de raios X

E – Esmectita

EDX – Análise química por fluorescência de raios X

F-Feldspato

meq - Miliequivalente

Mg(OH)₂- Hidróxido de magnésio

MgO- Óxido de magnésio

Na₂CO₃ – Carbonato de sódio

(NaPO₃)₆ –Hexametáfosfato de sódio

PF – Perda ao fogo

Q – Quartzo

TG – Análise termogravimétrica

VA – Viscosidade aparente

VP – Viscosidade plástica

θ – Deflexão, grau

μm – Micrômetro

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O termo bentonita foi aplicado pela primeira vez em 1898 a um tipo de argila plástica coloidal encontrada no Fort Benton em Wyoming (EUA), com propriedade específica de aumentar várias vezes o seu volume inicial se umedecida em água e são compostas, predominantemente, por argilominerais do grupo da esmectita, tal como a montmorilonita.(SOUZA SANTOS, 1992).

As bentonitas exibem uma gama de aplicações industriais movimentando centenas de milhões de dólares no mercado global por ano. Dentre as diversas aplicações se destaca o seu uso para fluidos de perfuração petrolíferos. Esses fluidos são essenciais durante a operação de perfuração e o sucesso da perfuração depende do bom funcionamento do fluido (NASCIMENTO *et al.*, 2010).

O sucesso da perfuração de um poço depende, dentre outros fatores, das características físico-químicas do fluido de perfuração utilizado na operação (NASCIMENTO *et al.*, 2012).

A composição do fluido é escolhida de modo que se tenha as propriedades ideais, como viscosidades adequadas, consistência de gel, controle de filtrado, reboco, inibição de argilas hidratáveis e coeficiente de lubrificidade.

No âmbito da perfuração de poços, as requisições ambientais estão cada vez mais severas, fazendo-se com que se estude e busque-se novos desenvolvimentos para os fluidos base água. Os fluido base água, estão em crescente utilização, visto que fluidos base óleo, embora apresentem desempenho superior e sejam mais estáveis a altas pressões e temperaturas, são altamente tóxicos e de custo elevado (NASCIMENTO *et al.*, 2010; THOMAS, 2001 e MENG *et al.*, 2012) .

No Brasil, as argilas comumente utilizadas na preparação de fluidos de perfuração são as argilas bentoníticas provenientes dos depósitos localizados no município de Boa Vista, PB. Estas argilas foram descobertas no início da década de 60, sendo desenvolvidos vários estudos de caracterização que permitiram sua utilização em uma vasta gama de aplicações tecnológicas. No

entanto, a exploração desenfreada dos jazimentos de Boa Vista por dezenas de anos levou ao esgotamento das variedades de boa qualidade o que ocasionará em curto prazo um problema muito grave para a indústria nacional de petróleo (MENEZES et al.,2008, MENEZES et al.,2009).

As variedades comercializadas atualmente apresentam um elevado grau de contaminação por minerais acessórios, o que, por vezes, compromete suas aplicações tecnológicas. Por outro lado, recentemente foram descobertos novos jazimentos de argilas esmectíticas nos municípios de Cubati, Pedra Lavrada e Sossego, do Estado da Paraíba, que podem representar uma interessante alternativa tecnológica à futura escassez das argilas bentoníticas de Boa Vista. Para a utilização das argilas em processos industriais é importante e indispensável uma identificação completa do tipo de argila e de suas propriedades, para estabelecer qual as combinações de matérias-primas e requisitos de beneficiamento mais adequados para se obter produtos com as propriedades finais desejadas (MENEZES et al., 2009).

Diante deste fato, é de extrema relevância a busca por novos jazimentos, que podem representar uma interessante alternativa tecnológica à futura escassez das argilas bentoníticas de Boa Vista para uso em fluidos de perfuração, assim como o desenvolvimento de fluidos de base aquosa com melhores propriedades, sendo uma alternativa menos danosa ao meio ambiente.

1.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a viabilidade técnica dos novos depósitos de argilas bentoníticas do Município de Sossego, PB, que se constitui nas mais recentes ocorrências de argilas esmectíticas brasileiras que estão em processo de mineração incipiente, além de adequar as variedades dessas ocorrências para uso em fluidos de perfuração base água.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Fazer a caracterização física e mineralógica das amostras estudadas.
- Transformar as argilas policatiônicas naturais em sódicas;
- Estudar as propriedades reológicas para obtenção de fluido de perfuração base água;

CAPÍTULO 2: REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Argilas Bentoníticas

Atualmente, pode-se definir bentonita como sendo uma rocha composta principalmente por um argilomineral esmectítico (montmorilonita), formada pela desvitrificação e subsequente reação química de material vítreo, oriundo da decomposição de rochas vulcânicas (ABDOUR, AL-SABAGH e DARDIR, 2013; MENEZES et.al., 2008).

As argilas bentoníticas são materiais constituídos por um, ou mais, argilominerais esmectíticos e alguns minerais acessórios (principalmente quartzo, cristobalita, micas, feldspatos e alguns outros argilominerais, como a caulinita). Tem partículas de tamanhos que variam de 2 μm a tamanhos bastante pequenos como 0,1 μm em diâmetro, com tamanho médio de 0,5 μm e formato de placas ou lâminas (SILVA, et. al, 2008; FERREIRA et al., 2008).

A estrutura dos argilominerais esmectíticos é composta por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha octaédrica central de alumina, que são unidas entre si por átomos de oxigênio que são comuns a ambas as folhas (Figura 2.1) (TONNESEN et al., 2012, PORTO e ARANHA, 2010).

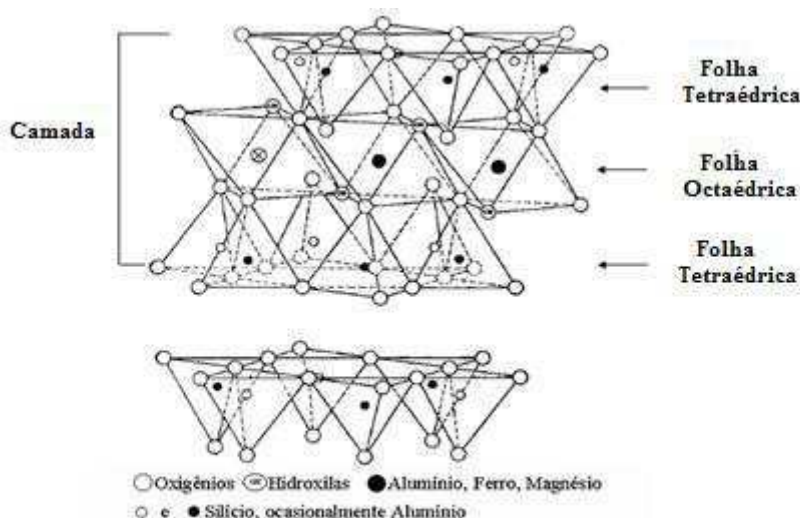


Figura 2.1: Representação esquemática da estrutura das lamelas de uma esmectita dioctaédrica (OLIVEIRA, 2012).

Neste tipo de estrutura, as folhas de tetraedros e folhas diferentes encontram-se adjacentes, enquanto os átomos de oxigênio localizam-se em posições opostas, levando a uma fraca ligação entre as camadas. Além disso, existe forte potencial repulsivo na superfície das camadas, resultante do desbalanceamento elétrico. Esses dois fatores contribuem para o aumento da distância entre as camadas, quando em presença de água, provocando o inchamento da argila (TONNESEN et al., 2012).

Nas camadas podem ocorrer substituições de íons por outros de diferente número de oxidação. Nos tetraedros, o íon Al^{3+} pode aparecer substituindo o Si^{4+} , enquanto que nos octaedros os íons Mg^{2+} , Fe^{3+} e/ou Fe^{2+} podem substituir o Al^{3+} . Esse tipo de substituição provoca um desbalanceamento elétrico que é compensado por cátions, como Na^+ e Ca^{2+} , que se posicionam entre as camadas e são intercambiáveis, dando origem às denominações sódica e cálcica das bentonitas.

Estes dois fatores contribuem para o aumento da distância entre as camadas quando em presença de água. A esmectita, então, possui uma rede capaz de sofrer expansão, na qual todas as superfícies das camadas estão disponíveis para a hidratação e troca de cátions, sendo esta a sua principal característica (GUNGOR, 2000; MURRAY, 2000).

Quando as camadas individuais de esmectita são expostas à água, as moléculas de água são adsorvidas na superfície das folhas de sílica, que são então separadas umas das outras. Este comportamento é chamado de inchamento interlamelar e é controlado pelo cátion associado à estrutura da argila. A espessura da camada de água interlamelar varia com a natureza do cátion adsorvido e da quantidade de água disponível. Se o cátion é o sódio, o inchamento pode progredir desde 9,8 Å, quando a argila é exposta ao ar, a um máximo de 40,0 Å, quando a argila é totalmente dispersa em meio líquido (SILVA e FERREIRA 2008).

No caso das argilas cálcicas ou policatiônicas, a quantidade de água adsorvida é restrita e as partículas continuam unidas umas às outras por interações elétricas e de massa (Figura 2.2). A diferença no inchamento das esmectitas sódicas e cálcicas deve-se a força de atração entre as camadas,

que tem a repulsão diminuída pela presença do cálcio, reduzindo a quantidade de água que poderá ser adsorvida, enquanto que o cátion sódio provoca uma maior força repulsiva, permitindo que uma maior quantidade de água penetre entre as camadas, e seja então adsorvida. Esta diferença está representada na Figura 2.2.

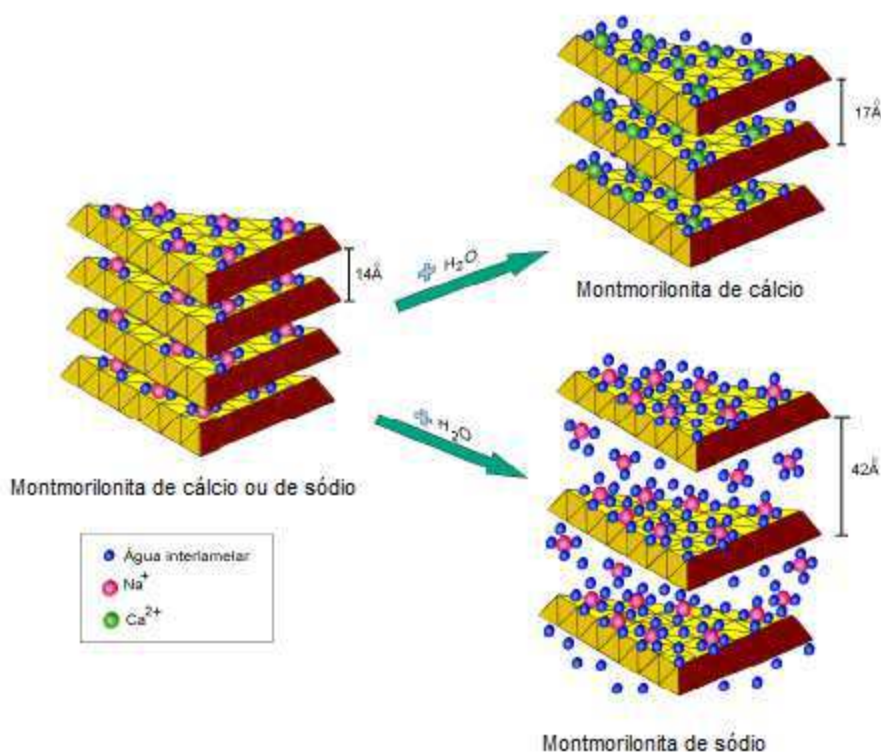


Figura 2.2: Representação da hidratação da montmorilonita cálcica e da montmorilonita sódica (Adaptado de MARTINS, 2009).

Os argilominerais esmectíticos exibem uma alta capacidade de troca de cátions, isto é, os íons fixados na sua superfície, entre as camadas e dentro dos canais do retículo cristalino podem ser trocados numa reação química por outros íons presentes em uma solução aquosa, sem que isto venha trazer uma modificação de sua estrutura cristalina (ODOM, 1984).

A capacidade de troca catiônica é uma propriedade importante dos argilominerais, visto que os íons permutáveis influem grandemente nas suas

propriedades físico-químicas e nas suas aplicações tecnológicas (ODOM, 1984).

As bentonitas na maioria das vezes possuem, em elevado grau, propriedades plásticas e coloidais, e mostram grandes variações em suas propriedades físicas. Essas variações podem ser atribuídas a alterações na natureza dos cátions trocáveis que neutralizam a estrutura cristalina e a fatores estruturais e de composição como variações na população das posições octaédricas (SOUZA SANTOS, 1992).

Como as argilas bentoníticas admitem grandes modificações planejadas em sua microestrutura, permitindo assim obter propriedades específicas, faz com que esses materiais sejam as argilas com uma imensa gama de usos industriais (SILVA et. al, 2012).

Os principais usos das bentonitas podem ser divididos em três categorias. Na primeira estão incluídas as aplicações como em fundições, materiais de vedação em engenharia civil, pelletização de minérios de ferro e em fluidos de perfuração, sendo estas as que apresentam maior consumo. Na segunda, estão incluídas as aplicações de menor consumo, como em tintas, adesivos, usos farmacêuticos, cosméticos, como cargas e na purificação de águas. Na terceira, estão incluídas as novas tendências, como nanocompósitos, engenharia de nanopartículas e heteroestruturas porosas (LAGALY e ZIESMER, 2003).

2.2 Fluidos de Perfuração

As argilas bentoníticas são largamente utilizadas em muitos setores industriais, sendo incluídas na classe dos minerais de maior interesse industrial. Dentre as várias aplicações, destaca-se sua utilização em fluidos de perfuração (BATISTA, 2009).

Os fluidos de perfuração são vistos de diferentes maneiras por diferentes autores. O Instituto Americano de Petróleo (API) considera fluido de perfuração qualquer fluido circulante capaz de tornar a operação de perfuração viável. Contudo, autores como THOMAS, (2001) consideram os fluidos de perfuração como misturas complexas de sólidos, líquidos, produtos

químicos e, por vezes, até de gases. Sendo que, do ponto de vista químico, eles podem assumir aspectos de suspensão, dispersão coloidal ou emulsão, dependendo do estado físico dos componentes. Do ponto de vista físico, os fluidos de perfuração assumem comportamentos de fluidos não newtonianos, ou seja, a relação entre a taxa de cisalhamento e a taxa de deformação não é constante (SANTOS, 2012).

Segundo Darley e Gray (1988), as principais funções dos fluidos de perfuração são:

- transportar os detritos de perfuração e permitir sua separação na superfície, resfriar e limpar a broca;
- reduzir o atrito entre a haste de perfuração e as paredes do poço;
- manter a estabilidade das paredes do poço;
- prevenir o escoamento do fluido para o interior das formações geológicas;
- formar um filme de baixa permeabilidade (conhecida como reboco) nas paredes do poço e,
- auxiliar as avaliações sobre os detritos e as formações perfuradas.

O sucesso da perfuração depende do bom desempenho dos fluidos, que por sua vez é determinado de acordo com as funções exercidas por ele. 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 viscosidades, consistência de gel, controle de filtrado, reboco, inibição de argilas hidratáveis e coeficiente de lubrificidade (NASCIMENTO, et. al, 2010).

Os fluidos de perfuração são compostos de uma fase líquida contínua, tratada quimicamente de modo a adaptar suas propriedades as operações de perfuração. Esses fluidos com relação ao meio dispersante podem ser classificados como fluido base água ou fluidos base óleo (SOUSA *et.al.*, 2011).

Dentre os fluidos base água, destacam-se os denominados de fluidos argilosos e os fluidos poliméricos. Os fluidos argilosos são geralmente empregados nas primeiras fases da perfuração de poços. Enquanto os fluidos poliméricos podem ser utilizados desde as camadas superficiais até as mais profundas. O uso de polímeros é vasto, e cada tipo atribui propriedades

permitindo um melhor desempenho do fluido durante as operações de perfuração (MAHTO & SHARMA, 2004).

Para os fluidos base água, a Petrobrás exige que o valor das viscosidades aparente e plástica devem apresentar um mínimo de 15,0 cP e 4,0 cP, respectivamente, enquanto que o volume de filtrado não deve exceder o limite de 18,0 mL (PETROBRÁS EP-1EP-00011-A, 2011).

A bentonita é adicionada em fluidos de perfuração para exercer as seguintes funções: expandir a capacidade de limpeza do poço, promover a estabilidade do poço, evitar ou superar as perdas de circulação, conferir viscosidade ao fluido e vedar as paredes do poço para que o fluido não penetre nas formações permeáveis que estejam sendo perfuradas (GOMES *et.al.* 2001). TONNESEN *et.al.*, (2012) acrescenta que a adição das bentonitas também está relacionada com a função lubrificante sobre a broca e as tubulações. Deste modo, suas propriedades físico-químicas e reológicas devem ser cuidadosamente controladas como forma de garantir o seu bom desempenho durante todas as operações de perfuração (FERREIRA, *et al.*, 2010).

A tixotropia faz com que a suspensão contendo argila adquira um aspecto gelatinoso quando em repouso, impedindo o retorno dos fragmentos de rochas para o fundo do poço em caso de paralisação do bombeamento. Os fluidos tixotrópicos mostram um incremento de viscosidade quando em condições estáticas (estado gel) e recuperação da fluidez (estado sol) na presença de forças de cisalhamento. Esse fenômeno da tixotropia é causado pela presença de partículas carregadas eletricamente ligadas entre si formando uma estrutura rígida (BALTAR, 2010).

Para que se tenha um fluido de perfuração com características constantes e conseqüentemente que se possa construir um poço com qualidade, são analisadas várias propriedades físico-químicas, tais como: peso específico, filtrado, parâmetros reológicos, alcalinidades, teores de água, sólidos e óleos, salinidade, dureza, entre outros; para alcançar esses objetivos os fluidos recebem uma série de aditivos durante sua preparação, podendo-se destacar como principais: os controladores de pH, bactericidas, viscosificantes e redutores de filtrado, surfactantes, agentes obturantes e adensantes. Outros

aditivos podem ser empregados nas formulações, variando com o tipo de fluido e as características da formação a ser perfurada (BORGES, 2006).

A escolha de fluidos de perfuração de poços de petróleo e gás natural, bem como a avaliação do desempenho desses fluidos durante a operação é muito importante na fase exploratória e também de desenvolvimento do campo, e o fluido à base de água, apresenta vantagens em relação aos outros por apresentar baixo custo, boa biodegradabilidade e baixo impacto ambiental (COSTA et.al, 2012).

Com relação ao uso para fluidos de perfuração de poços de petróleo, a Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG vêm desenvolvendo diversas pesquisas dentro das quais se destacam: Amorim (2003) estudou amostras de argilas bentoníticas naturais e argila sódicas industrializadas derivadas de jazidas de Boa Vista, PB com o intuito de melhorar o seu comportamento reológico e obter fluidos à base de água e argila resistentes a contaminação. Os resultados evidenciaram que os diferentes comportamentos apresentados pelas dispersões, após tratamentos de proteção e recuperação, podem ser de grande utilidade para otimizar suas aplicações em fluidos de perfuração.

Campos (2007), investigou as composições de argilas bentoníticas disponíveis nos jazimentos do município de Boa Vista, PB, com o objetivo de potencializar a utilização das argilas de qualidade inferior em fluidos de perfuração de poços de petróleo. Os resultados mostraram que os estudos de composições de argilas poderão trazer inúmeros benefícios aos mineradores e indústria beneficiadora das argilas de Boa Vista, como também ao setor do petróleo, visto a possibilidade do uso das argilas de qualidade inferior, disponíveis em maior quantidade nos jazimentos, em fluidos de perfuração de poços de petróleo.

Menezes et al. (2009) avaliou o comportamento reológico das argilas bentoníticas de Cubati, 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.

Cardoso (2013), estudou as argilas bentoníticas do município de Pedra Lavrada – PB, com o intuito de potencializar a utilização dessas argilas como componente mineral nos fluidos de perfuração. Fez-se uso da purificação por hidrociclonagem para uso em fluidos de perfuração base água. Os resultados mostraram que após purificação, houve um aumento da fração argila 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.

2.3 Estado da Arte

Medeiros et al., em 2008, estudaram diferentes tipos e concentrações de lubrificantes em fluidos de perfuração aquosos aditivados com bentonita e polímeros com o intuito obter fluidos lubrificantes propícios para a perfuração de poços de petróleo. Com isso, foram estudados uma amostra de bentonita sódica industrializada, três aditivos poliméricos e três lubrificantes em diferentes concentrações, e determinadas as propriedades reológicas, de filtração e o coeficiente de lubricidade dos fluidos preparados. Os resultados mostraram que, a adição do lubrificante nos fluidos reduz os parâmetros reológicos e de filtração, no entanto, não comprometendo o seu desempenho, os diferentes tipos de lubrificante não apresentaram influencia expressiva nas propriedades dos fluidos e o teor mínimo de 1 % de lubrificante, foi o necessário para adequar a capacidade lubrificante dos fluidos.

Mahto e Sharma, em 2008, desenvolveram uma pesquisa no intuito de avaliar as propriedades presentes em fluidos de perfuração, preparados a partir de três tipos de bentonitas proveniente da região de Kutch , em Gujarat, India. A caracterização foi feita utilizando técnicas de difração de raio X, técnicas de fluorescência de raios X. Em seguida foram feitas as propriedades reológicas utilizando os procedimentos recomendados pela API. Foi observado que as três argilas bentoníticas apresentaram características apropriadas para o desenvolvimento de fluidos de perfuração de base aquosa, no entanto exibiram

índice de inchamento inferior ao valor apresentado pela bentonita de Wyoming, sendo justificado, provavelmente pela presença de elevado teor de ferro nas amostras em comparação com a bentonita de Wyoming.

Amorim et al., em 2008, fizeram um estudo de composições binárias de polímeros, na aditivação de argilas bentoníticas para aplicação em fluidos de perfuração à base de água. Sendo assim, utilizaram uma amostra de argila bentonítica sódica industrializada da Paraíba, Brasil, duas amostras de carboximetilcelulose (CMC) e uma amostra de poliacrilamida (PAM). As composições foram formuladas com os polímeros empregando a metodologia de modelagem de misturas de planejamento experimental, totalizando dez diferentes composições. Os compostos poliméricos, foram misturados à argila seca, em três diferentes concentrações. Logo após, os fluidos de perfuração foram preparados e determinadas as viscosidades aparente e plástica, o limite de escoamento e o volume de filtrado de acordo com as especificações da norma da PETROBRAS. Os resultados das pesquisas mostraram que a aditivação da bentonita com o composto polimérico melhora as propriedades reológicas e de filtração dos fluidos de perfuração, atribuindo às argilas bentoníticas provenientes de boa Vista, Paraíba, consideradas de qualidade inferior, uma nova aplicação, tornado possível o desenvolvimento de compostos bentonita/polímero para uso em fluidos de perfuração de poços de petróleo.

Nascimento et al., em 2009, fizeram um estudo com o intuito de avaliar a capacidade de inibidores de argila expansiva para uso em fluidos de perfuração base água. Para isto, foram estudados quatro inibidores químicos, três destes comerciais e o outro amplamente utilizado na indústria do petróleo, denominados de Inibidor I, Inibidor II, Inibidor III e Inibidor IV. Esses inibidores são utilizados na indústria de petróleo e de poços artesianos na composição de fluidos de perfuração. Os Inibidores I, II e III foram estudados isolados e em conjunto. O Inibidor IV foi estudado isoladamente e considerado como Padrão, visto sua ampla aplicação pelas empresas de extração de petróleo. Para tanto, foi definida uma matriz de experimentos, totalizando dez composições. O grau de inibição foi analisado por meio dos ensaios de Inchamento de Foster, Capillary Suction Timer (CST) e das propriedades reológicas e de filtração de

fluidos de perfuração. O estudo mostrou que as metodologias utilizadas foram adequadas para avaliar a eficiência dos inibidores no poder de inibição das argilas, e também que os melhores resultados de inibição foram apresentados pelos aditivos comerciais, principalmente quando avaliados em composições binárias e ternárias, devido a sinergia alcançada pelos inibidores. Observou-se também, que quando comparados com o inibidor padrão, os aditivos comerciais apresentaram maior eficiência na inibição do inchamento de argilas expansivas.

Kok e Iscan, em 2009, verificaram os efeitos provocados nas propriedades reológicas de dois tipos diferentes de fluidos de perfuração base aquosa, a partir da adição do aditivo carboximetilcelulose (CMC). Para tanto, foram realizados estudos do comportamento reológico dos fluidos de perfuração preparados, a fim de analisar suas propriedades reológicas. Notaram que a fluidez dos fluidos foram perdidas com o aumento da concentração de CMC, e experimentalmente, observou-se que um grama CMC para 350 ml de suspensão de fluido de perfuração é a quantidade necessária para uma ótima eficiência das propriedades reológicas.

Qu et al., em 2009, estudaram o comportamento reológico de fluidos de perfuração de base água preparados com o poli-o-metoxianilina (poam), preparado em laboratório, junto com amostras de bentonita sódica proveniente de Huai'an em Hebei, na China, onde foi feita a verificação da interação da bentonita sódica com o poam, e a influência desse aditivo no propriedades reológicas dos fluidos preparados. As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração foram medidas antes e após a adição de poam em vários fluidos de perfuração com base em água. Os resultados mostraram que poam foi completamente solúvel em água, mostrando ter um desempenho superior para inibir a hidratação da bentonita sódica. Além disso, a determinação biológica de toxicidade e compatibilidade indicou que poam foi pouco tóxico e compatível com outros aditivos de fluidos de perfuração.

Kok e Iscan, em 2010, estudaram os dados de filtragem dinâmica para se determinar a espessura do reboco, foi observado que a espessura do reboco em condições dinâmicas, é bem inferior quando comparada a de condições estáticas, pois não há deposição contínua, devido aos efeitos

erosivos em condições dinâmicas. Observou-se também, que a previsão da espessura do reboco para diferentes composições de fluidos de perfuração, requer a realização de novas correlações baseadas em dados de filtração dinâmica para cada fluido de perfuração.

Menezes et al., em 2010, avaliaram a influência do carboximetilcelulose (CMC) sobre as propriedades reológicas de dispersões de bentonita para uso em fluidos de perfuração à base de água, usando o delineamento estatístico de experimentos com mistura. Para tanto, foram preparadas formulações de acordo com as especificações da Petrobrás utilizando bentonitas, e CMCs de alta e baixa massa molar. Foram calculados modelos de regressão, fazendo uma relação das propriedades com as composições. Os resultados mostraram através do delineamento estatístico pode se obter um melhor entendimento sobre a influência de aditivos sobre as propriedades de polímeros em fluidos de perfuração de base aquosa, assim como é possível otimizar as propriedades presentes nos fluidos de perfuração considerando adição de CMC.

Nascimento et al., em 2010, em seu estudo, desenvolveu fluidos aquosos, com baixo teor de sólidos e propriedades reológicas, de filtração e lubricidade adequadas à perfuração de poços de petróleo onshore. Os fluidos foram preparados através da combinação de bentonita sódica industrializada conhecida comercialmente por Brasgel PA, dois aditivos poliméricos denominados de P1 e P2 e quatro tipos de lubrificantes denominados Lub1, Lub2, Lub3 e Lub4, em diferentes concentrações. O estudo do comportamento reológico, de filtração e lubricidade mostrou que os fluidos hidroargilosos apresentaram comportamento de fluidos binghamianos e que os aditivos selecionados desempenharam com sucesso suas funções de modificadores reológicos, redutores de filtrado e agente lubrificante. Foi observado também a necessidade de aditivos lubrificantes em fluidos aquosos contendo argila bentonítica e polímeros, pois as argilas bentoníticas não contribuem para a melhoria da lubricidade dos fluidos aquosos, e que o coeficiente de lubricidade independe da concentração de bentonita no fluido.

Karagüzel et al., em 2010, estudaram o comportamento reológico de fluidos de perfuração de base água sob influência da adição de óxido de magnésio (MgO). Para isso, foram utilizadas duas amostras de bentonitas

provenientes de Çanbensan Bentonite Company of Çankırı, na Turquia, onde essa bentonitas passaram por um processo de ativação utilizando carbonato de sódio (Na_2CO_3) e também o aditivo (MgO) e suas misturas. Foram preparadas dispersões de acordo com as normas da API, e em seguida foi feito o ensaio de viscosidade, do índice de inchamento, da perda de filtração e de medições eletrocinética. Foi observado que a combinação de Na_2CO_3 e de MgO produziu um melhoramento significativo nas propriedades dos fluidos produzidos. Além da sua aplicabilidade na perfuração de poços, as amostras obtidas durante o estudo podem ser utilizadas como espessante ou modificador de viscosidade na indústria de tintas, devido à sua viscosidade e as características de inchamento.

Abdou e El-Sayed Ahmed, em 2011, avaliaram o efeito do tamanho e da concentração de partículas de bentonita ativada em fluidos de perfuração base água, para tanto foi necessário a realização do comportamento reológico das dispersões preparadas, onde foi verificada a viscosidade aparente, viscosidade plástica, tensão de cisalhamento, resistência do gel, tixotropia e volume de filtrado. Foi observado que a tixotropia das dispersões muda ligeiramente com o aumento da concentração de partículas de bentonita para todos os tamanhos utilizados na pesquisa, assim como a viscosidade aparente, a viscosidade plástica e a força do gel da bentonita aumenta com o aumento da concentração de todos os tamanhos de partículas de bentonita, no entanto o volume de filtrado diminui relativamente com o aumento da concentração de todos os tamanhos de partícula.

Isçi e Turutoglu, em 2011, desenvolveram dispersões estáveis com bentonita, fornecida pela Bensan Co., Turquia e sepiolita proveniente de depósitos de argila em Eskisehir, Margi, na Turquia, utilizando Poli(álcool vinílico), como um estabilizador para a preparação de fluidos de perfuração base água. Para tanto, avaliaram o comportamento reológico de dispersões preparada a partir da mistura de 2% de bentonita sódica e 1% de sepiolita, para várias concentrações de Poli(álcool vinílico), e em diferentes temperaturas. As dispersões foram preparadas de acordo com os padrões de API. De acordo com as propriedades de fluxo da mistura, observou-se que a mistura não

apresentou características apropriadas para serem aplicadas como fluido de perfuração.

Abu-Jdayil, em 2011, estudou as propriedades reológicas de três tipos de dispersões de bentonita com diferentes relações de $\text{Na}^+ / \text{Ca}^{+2}$, em proporções para várias concentrações de sólidos (0,5-10 peso%) e em diferentes tempos de envelhecimento. Além disso, avaliou os efeitos de diferentes tipos de eletrólitos sobre o comportamento reológico das suspensões de bentonita. Foi observado que as dispersões de bentonita mostraram um comportamento não-newtono ou de plástico de Bingham, dependendo da concentração de sólidos e do tipo de bentonita, e todas as dispersões de bentonita exibiram um comportamento tixotrópico, onde as dispersões de bentonitas sódicas apresentaram um maior grau de tixotropia, quando comparadas com as dispersões preparadas com bentonitas cálcicas. Foi verificado também que a viscosidade aparente das suspensões de bentonitas aumentou com o tempo de envelhecimento, no entanto, o desenvolvimento do comportamento reológico foi relativamente limitado após 24 h para a maioria das amostras testadas, o que implica que este período de tempo foi suficiente para a hidratação completa, e que a adição de eletrólitos em uma gama de concentrações de 0,02-0,2 M reduziu a viscosidade aparente das suspensões de bentonita.

Gareche et al., em 2012, avaliaram como o poli-oxietileno (PEO) altera significativamente as propriedades reológicas das suspensões de bentonita / água, dependendo da dosagem do polímero e / ou o grau de cobertura da superfície na partícula de argila. Foi observado que o PEO apresenta uma afinidade com as partículas de bentonita, revestindo gradualmente as partículas de argila, podendo ser adsorvido sobre a superfície das partículas, ou intercalado entre as camadas de argila, tornando possível a flocculação por formação de pontes entre as partículas.

Meng et al., em 2012, estudaram as influências de cinzas de carbono e de modificador reológico comercial (RM) sobre as propriedades reológicas de dispersões de bentonita. As cinzas de carbono foram fornecidas por Kaitai Company em Shandong, na China e de modificador reológico comercial (RM) obtido a partir de Yangshi Co. em Shanghai, na China. Para o estudo do

comportamento reológico foram feitos ensaios de viscosidade aparente, viscosidade plástica, de limite de escoamento, bem como a relação de limite de escoamento e viscosidade plástica, além de ensaios de volume de filtrado e densidade. Os resultados mostraram que a adição de cinzas de carbono melhorou o comportamento reológico, resultando em um alto limite de escoamento, e que o volume de filtrado e espessura do reboco aumentou drasticamente enquanto que a densidade da dispersão de bentonita diminuiu, com o aumento da concentração de cinzas de carbono.

El-Mahllawy et al., em 2013, avaliaram a influência de NaOH e do polímero sintético POLYPAC-R sob o comportamento reológico de dispersões preparadas com 5 amostras de argilas coletadas das pedreiras Claystone na área Kom Oshim na província de El-Fayoum, Egito, com o intuito de aplicá-las como fluido de perfuração. Para tanto foram estudadas as propriedades físicas, químicas, características térmicas, mineralógicas e as propriedades reológicas das dispersões. Observou-se que as dispersões sem nenhum aditivo, não poderiam ser utilizadas como fluidos de perfuração, pois não apresentaram propriedades reológicas adequadas para esta aplicação, no entanto após o processo de aditivação, foram observadas algumas alterações significativas nas propriedades reológicas, mostrando que as suspensões aditivadas apresentaram comportamento reológico adequado para serem utilizados na perfuração de poços de pouca profundidade.

Abdou e AL-SABAGH, em 2013, estudaram o comportamento reológico de dispersões preparadas bentonita natural e com nanopartícula de bentonita com tamanho variando de 4-9 nm. Para tanto, a bentonita natural e as nanopartículas de bentonita foram caracterizadas por ensaio de análise química de fluorescência de raios X, difração de raios X, análise termogravimétrica e microscopia eletrônica de transmissão, além do estudo das propriedades reológicas, através da viscosidade plástica, viscosidade aparente, limite de escoamento, volume de filtrado e resistência do gel. Observou-se que as propriedades reológicas das suspensões preparadas foram substancialmente afetadas por uma variação de tamanho de grãos de argila bentonítica, e que com a diminuição do tamanho do grão de bentonita para o

nano escala, os resultados não se adequaram com as especificações do padrão da API.

Cinku et al., em 2014, realizaram um estudo detalhado do mecanismo de interação das partículas em suspensões preparadas com bentonita e magnesita calcinada. Para compreender o mecanismo de interação entre a magnesita calcinada e as partículas de bentonita foram feitos estudos electrocinético, reológicos e de estabilização, incluindo os testes de coagulação. Foi observado que a temperatura afetou diretamente a área superficial e a reatividade do óxido de magnésio obtido da calcinação da Magnesita, e que as dispersões preparadas com MgO obtido através de elevado grau de calcinação, fez com que o pH médio aumentasse, de forma que as propriedades reológicas melhorassem.

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Para realização deste trabalho foram estudadas 4 amostras de argilas esmectíticas oriundas das novas ocorrências do município de Sossego do estado da Paraíba, fornecida pela empresa DBM Minerais, situada no município de Equador, RN. As amostras foram denominadas conforme Tabela 3.1.

Tabela 3.1: Identificação das amostras estudadas

<i>Amostra</i>	<i>Nome Original</i>
AM1	Clara GN2
AM2	Clara RF
AM3	Clara DASL
AM4	Escura FDO
AM5	Verde Fernando
AM6	Verde Claro ZP
AM7	Verde Ranufo
AM8	Cinza
AM9	Verde Claro Diel
AM10	Clara ERIVS

Foi empregado o aditivo carbonato de sódio (Na_2CO_3) anidro PA da marca VETEC, hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆ e hidróxido de magnésio (MgOH) da marca Synth .

3.2 Metodologia

As etapas da pesquisa foram desenvolvidas de acordo com o fluxograma da Figura 3.1:

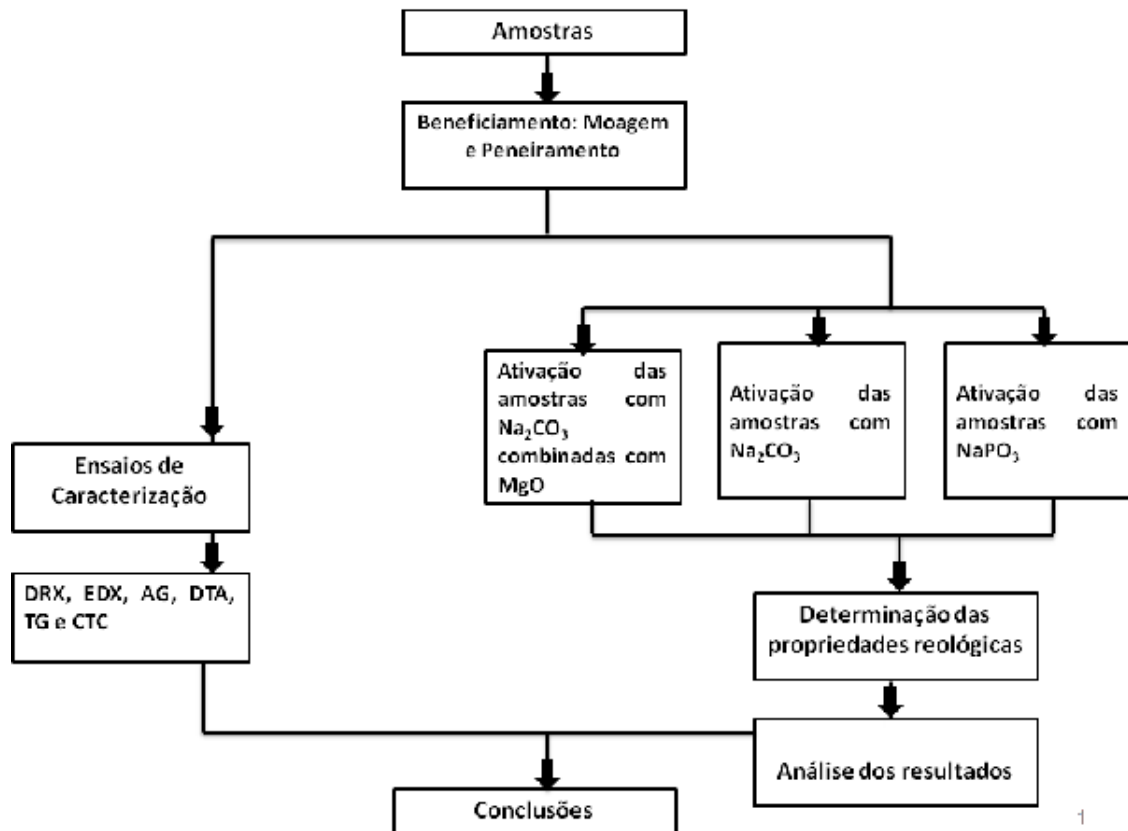


Figura 3.1: Fluxograma da metodologia utilizada nesse estudo

Todos os ensaios de caracterização foram realizados no Laboratório de Tecnologia de Materiais e no Laboratório de Caracterização da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande-PB.

3.2.1 Beneficiamento e Caracterização das Argilas Bentoníticas

Para a fragmentação das amostras, as argilas passaram por um processo de britagem no britador de marca Pavitest, em seguida foram beneficiadas em um moinho martelo da marca Servitch, para cominuição. Após a cominuição, o material foi passado em peneira ABNT Nº 200 (0,074mm) utilizando um peneirador elétrico modelo I-3007, marca Pavitest. Alíquotas foram retiradas para as diferentes etapas de caracterização física, química e mineralógica.

3.2.1.1 Análise Granulométrica por Difração de Laser (AG)

A análise granulométrica por difração de laser usa o método de dispersão de partículas em fase líquida em conjunto com um processo de medida óptico através de difração de laser. Neste método, é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e tamanho de partículas. Para realização desta caracterização, a argila bentonítica foram passada em peneira ABNT nº 200 (0,074mm), e dispersa em 250mL de água destilada em um agitador Hamilton Beach N5000 a velocidade de 17.000 rpm por 10 min, em seguida esta dispersão foram 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.

3.2.1.2 Análise Química por Fluorescência de Raios X (EDX)

As amostras de argilas bentoníticas foram passadas em peneira ABNT nº 200 (0,074mm) e submetidas à análise química por fluorescência de raios X. O espectrômetro de fluorescência de raios X determina semi quantitativamente, os elementos presentes em uma determinada amostra, através da aplicação de raios X na superfície da amostra e a posterior análise dos fluorescentes emitidos em equipamento EDX 720 da Shimadzu.

3.2.1.3 Difração de Raios X (DRX)

As argilas bentoníticas foram passadas em peneira ABNT nº 200 (0,074mm) e prensadas manualmente em porta amostra de Al para análise por difração de raios X, em equipamento XRD 6000 da Shimadzu. A radiação utilizada foi $K\alpha$ do Cu (40kV/30mA); a velocidade do goniômetro foi de $2^\circ/\text{min}$ e passo de $0,02^\circ$.

3.2.1.4 Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica (DTA e TG)

As análises termogravimétrica (TG) e termodiferencial (DTA) são úteis em processos de produção cerâmica para indicar as faixas de temperaturas onde ocorrem as perdas de massas e as temperaturas em que ocorrem transformações endo e exotérmicas. As curvas térmicas foram obtidas através de um sistema de Análises Térmicas Modelo RB-3000 da BP Engenharia, com razão de aquecimento $12,5^\circ\text{C}/\text{min}$. A temperatura máxima para ambos os casos foi de 1000°C e o padrão utilizado na DTA foi óxido de alumínio (Al_2O_3) calcinado.

3.2.1.5 Capacidade de Troca de Cátions (CTC)

Os resultados de CTC foram apresentados em meq/100g de argila seca. As medidas da CTC das amostras das argilas foram realizadas por meio do Método do Azul de Metileno com metodologia proposta por FERREIRA et al. (1972), que consiste nas seguintes etapas:

1ª Etapa: preparação da solução de Azul de Metileno de 0,01 N de concentração.

2ª Etapa: Formação da Dispersão da Argila, que consiste em pesar 0,50 g da argila, previamente triturada e peneirada numa peneira ABNT nº 200, e adicionar lentamente a 300 mL de água deionizada sob agitação mecânica, com a finalidade de formar uma dispersão, verifica o pH ajustando-o para 9,0 utilizando uma solução de carbonato de sódio (Na_2CO_3) a 1 N tornado-o

alcalino e logo após deixa-o ácido utilizando uma solução de ácido clorídrico (HCl) a 1 N.

3ª Etapa: Determinação do Volume de Solução de Azul de Metileno gasto (mL) até atingir o ponto de viragem, tara a bureta com a solução de Azul de Metileno e adiciona 2 mL do Azul de metileno a cada 5 min, verificando o ponto de saturação que significa o ponto de viragem.

4ª Etapa: Cálculo da CTC da amostra estudada consiste na utilização da equação 1:

$$CTC = \frac{V * C * 100}{\text{massa da amostra seca (g)}}$$

$$CTC = V \cdot (0,01) \cdot (100/0,5g) = CTC = V \cdot 2 = \text{meq.de azul de metileno/100g de argila}$$

onde: V é o volume da solução de azul de metileno gasto para atingir o ponto de viragem (mL); C, a concentração da solução de azul de metileno (0,01 N); m, a massa da amostra (g).

3.2.2 Transformação das argilas bentoníticas naturais policatiônicas em sódica

Após os ensaios de caracterização, as argilas bentoníticas policatiônicas foram transformadas em sódicas através do uso de soluções concentradas de: carbonato de sódio (Na_2CO_3), com concentração de 2N; hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆, concentração de 2N; e com Na_2CO_3 combinado com óxido de magnésio (MgO).

3.2.2.1 Ativação com carbonato de sódio (Na_2CO_3) e hexametáfosfato de sódio (NaPO_3)₆

As argilas bentoníticas foram transformadas em sódicas, utilizando-se soluções concentradas (2N) de carbonato de sódio e hexametáfosfato de sódio. As soluções foram adicionadas a argila na forma seca e misturadas, nos seguintes teores: 75, 100, 125 e 150meq/100g de argila seca. Foi

realizada cura por um período de 5 dias e após a cura foram preparadas dispersões de acordo com o item 3.2.6.

3.2.2.2 Ativação com óxido de magnésio

Inicialmente foi feita a calcinação do hidróxido de magnésio $Mg(OH)_2$ para a obtenção de óxido de magnésio MgO . O hidróxido de magnésio foi calcinado a uma temperatura de $1000^\circ C$ por 2 horas a uma taxa de aquecimento de $5^\circ C/minuto$; e a uma temperatura de $800^\circ C$ nas mesmas condições.

As argilas bentoníticas policatiônicas foram transformadas em sódicas, utilizando-se soluções concentradas (2N) de carbonato de sódio nos seguintes teores: 75, 100, 125, 150 e 175 meq/100g de argila seca para as amostras, além da adição de óxido de magnésio na proporção de 1%, 2%, 3% e 4% de teor de argila. Foi realizada cura por um período de 5 dias e após a cura foram preparadas dispersões de acordo com o item 3.2.6.

3.2.3 Preparação das Dispersões

Foram preparadas dispersões argila-água com concentração de 4,86%, em massa, que segundo a norma N-2605 (Petrobrás, 1998), consiste em adicionar 24,3g de bentonita em 500 ml de água destilada, sob agitação de 17000rpm, em agitador mecânico durante 20min. As dispersões foram preparadas em agitadores mecânicos da marca Hamilton Beach.

Foram feitas suspensões das argilas naturais sem nenhum aditivo, com argilas ativadas com carbonato de sódio, com hexametáfosfato de sódio e com a combinação de carbonato de sódio e óxido de magnésio.

Ao final desse procedimento, a suspensão foi transferida para um recipiente fechado, onde permaneceu em repouso por 24h.

3.2.4 Estudo Reológico

O estudo reológico das dispersões das argilas naturais e das misturas aditivadas com solução concentrada de carbonato de sódio, hexametáfosfato de sódio, e com óxido de magnésio foram realizados segundo a norma EP-

1EP-00011-A (Petrobrás, 2011), sendo determinadas as viscosidades aparente (VA) e plástica (VP).

Para os ensaios de viscosidade, foi utilizado um viscosímetro FANN modelo 35A. A suspensão preparada 24h antes foi novamente agitada nas mesmas condições por um período de 5min e transferida para o recipiente do viscosímetro, onde foram feitas as leituras em 600rpm, após 2min, e em 300rpm, após 15s. As viscosidades aparente e plástica foram obtidas segundo a norma da Petrobrás EP-1EP-00011-A (Petrobrás, 2011).

$$\text{Viscosidade Aparente (VA)} = \frac{L_{600}}{2} \text{ (cP)}$$

$$\text{Viscosidade Plástica (VP)} = L_{600} - L_{300} \text{ (cP)}$$

Onde: L_{600} é a leitura feita em 600rpm e L_{300} é a feita em 300rpm

Após o ensaio de viscosidade, a suspensão foi retornada para o copo do agitador Hamilton Beach e agitada, novamente, durante 1 min, na velocidade de 17000rpm. Em seguida foi transferida para o filtro API FANN e filtrada, utilizando-se papel de filtro tipo Whatman nº 50, a uma pressão de 100psi, durante 30 min. O filtrado foi coletado em uma proveta com precisão de 0,2ml.

O pH foi medido em phmetro eletrônico da marca Hanna.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados dos ensaios de caracterização das argilas bentoníticas, como também o estudo das propriedades reológicas a partir das dispersões obtidas.

4.1 Caracterizações físico-mineralógica

Nas Figuras 4.1 e 5 estão contidas as curvas de distribuição de tamanho de partículas das amostras estudadas.

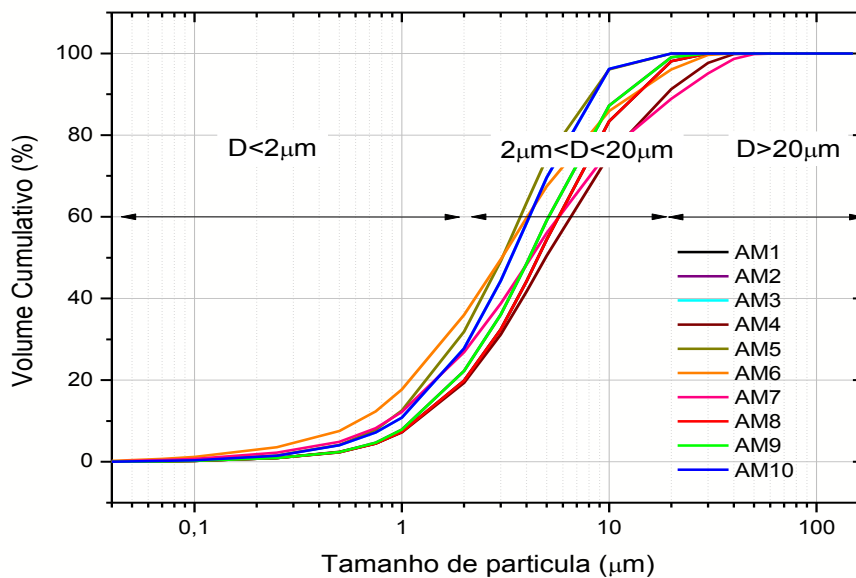


Figura 4.1: Distribuição granulométrica das argilas estudadas.

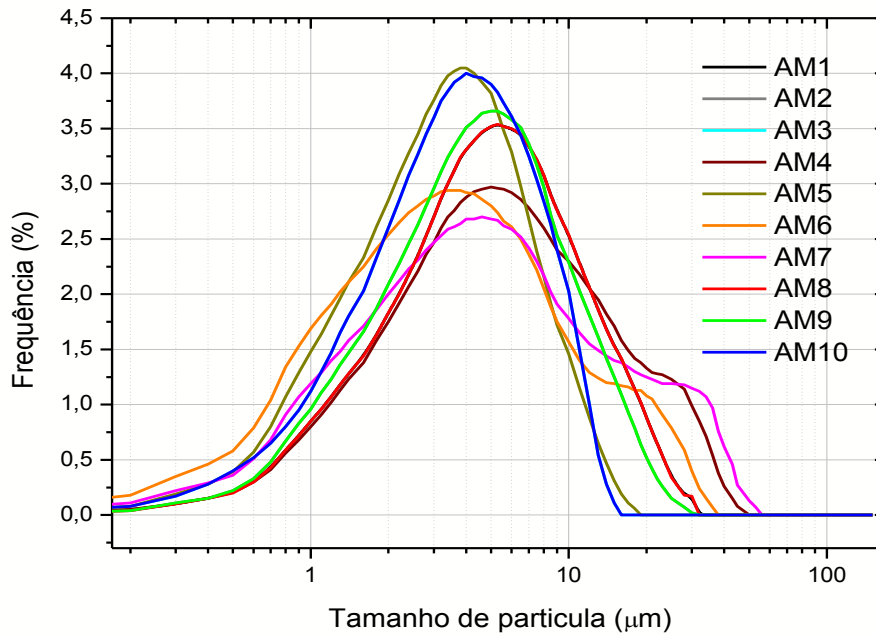


Figura 4.2: Histograma da distribuição granulométrica das argilas estudadas.

Analisando as curvas das Figuras 4.1 e 4.2 verifica-se que as amostras apresentaram curvas distribuição de partículas monomodais e bimodais, onde é possível observar uma concentração de partículas entre 3 e 6 μm. Em relação ao volume acumulado, observa-se um D50 de: 4,9 μm para amostra AM1; 4,5 μm para amostra AM2; 4,13 μm para amostra AM3; 3,3 μm para amostra AM4; 3,06 μm para amostra AM5; 3,0 μm para amostra AM6; 4,20 μm para amostra AM7; 5,2 μm para amostra AM8; 3,8 μm para amostra AM9 e 3,75 μm para amostra AM10.

Na Tabela 4.1 estão apresentados os valores da composição granulométrica das argilas estudadas.

Tabela 4.1: Composição granulométrica das argilas estudadas

Amostra	(D<2µm)	(2µm<D<20µm)	(D>20µm)	Diâmetro médio (µm)
AM1	19,3	71,9	8,7	7,6
AM2	19,9	78,1	1,9	5,9
AM3	22,2	76,8	0,9	5,2
AM4	27,7	72,2	0	4
AM5	31,8	68,1	0	3,7
AM6	35,9	60,1	3,9	5
AM7	26,8	62	11,1	7,8
AM8	17,5	77,1	5,2	7,2
AM9	26,9	69,6	3,4	5,6
AM10	27,2	71,6	1,11	5

Nota-se na Tabela 4.1, que as amostras que apresentaram maiores percentuais de partícula com $D < 2\mu\text{m}$ foram as amostras AM6(35,9%) e AM5(31,8%), correspondendo ao diâmetro médio de partícula de $3,7\mu\text{m}$ e $5,0\mu\text{m}$ respectivamente. Em relação às amostras com partículas com diâmetro entre $2\mu\text{m}$ e $20\mu\text{m}$, as amostras que apresentaram maiores percentuais foram as amostras AM8(78,1%) e AM1(77,1%). As amostras que apresentaram maiores percentuais de partículas com $D > 20\mu\text{m}$ foram as amostras AM7(11,1%) e AM1(8,7%).

Ao se comparar os resultados de distribuição de tamanho de partículas das amostras em estudo com as argilas bentoníticas de Pedra Lavrada, PB obtidos por Silva et al.,(2013), verifica-se que os resultados apresentados são similares, evidenciando assim que, provavelmente estas amostras possuem características físicas semelhantes às esmectitas de Pedra Lavrada, PB.

A Tabela 4.2 apresenta as composição química das 10 amostras estudadas.

Tabela 4.2: Composições químicas (%) das argilas estudadas.

Amostras	SiO₂	Al₂O₃	CaO	Fe₂O₃	MgO	Outros óxidos	PF
AM1	50,8	27,1	NE	5,7	2,9	2,4	11,1
AM2	46,1	25,7	4,1	3,5	5,8	1,0	13,8
AM3	46,1	28,0	3,2	3,7	5,0	1,9	12,1
AM4	47,5	28,6	0,6	5,9	4,8	2,1	10,5
AM5	49,8	26,4	NE	7,2	2,4	3,8	10,6
AM6	48,9	23,2	NE	6,4	1,9	3,0	16,6
AM7	50,0	22,5	4,8	5,5	2,8	2,2	12,3
AM8	46,2	23,6	6,6	4,7	2,6	2,0	14,3
AM9	48,2	23,4	5,2	5,8	2,7	2,6	12,1
AM10	51,5	23,6	NE	5,9	3,4	3,5	12,1

PF-Perda ao Fogo; NE-Não Existem.

Ao se observar a Tabela 4.2, verifica-se que as amostras apresentaram elevados teores de óxido de sílica variando entre 46,1% para AM2 e AM3 até 51,5% para AM10 e óxido de alumínio variando de 22,5% para AM7 até 28,6% para AM4, respectivamente.

Os argilominerais do grupo da montmorilonita são formados pelo empilhamento de camadas 2:1, em que cada camada é constituída por duas folhas de silicato tetraédricas, com uma folha central octaédrica de alumina, unidas entre si por oxigênios comuns às folhas, portanto, de acordo com as análises químicas, as amostras estudadas, provavelmente podem ser consideradas como sendo do grupo da montmorilonita.

Para o teor de Fe₂O₃ nota-se que os valores variaram entre 3,5% para AM2 até 7,2% para a AM5, e pode ser decorrente da camada octaédrica da esmectita ou de minerais acessórios na forma de hematita (MENEZES et al., 2009). Os teores de ferro por volta de 7,0% são típicos das argilas do Município de Boa Vista – PB (BERTAGNOLLI & SILVA, 2012; BATISTA et al., 2009 e H. S. FERREIRA et al., 2013).

Os teores de óxido magnésio variaram entre 2,4 para AM5 até 5,8% para AM2, pode ser provavelmente da camada octaédrica da esmectita ou do carbonato de magnésio. Verificou-se também que as amostras AM2, AM3, AM4, AM7, AM8 e AM9 apresentaram teores de óxido de cálcio, variando entre 0,6 para AM4 até 6,6% para AM8, que é do mineral calcita, evidenciado no ensaio de DRX.

Observa-se que as amostras apresentaram perda ao fogo entre 10-16%, o que está relacionado, à perda de águas coordenadas e adsorvidas, hidroxilas dos argilominerais, carbonatos, matéria orgânica e outros.

Comparando os valores determinados com as argilas do município de Pedra Lavrada, PB e Cubatí, PB, (SILVA et al.,2013 e MENEZES et al., 2009) verifica-se que as amostras em estudo possuem valores similares as argilas bentoníticas desses municípios.

Nas Figuras de 4.3 a 4.12 estão representadas as curvas das análises termodiferencial (DTA) e termogravimétrica (TG) das amostras AM1, AM2, AM3, AM4, AM5, AM6 , AM7, AM8, AM9 e AM10.

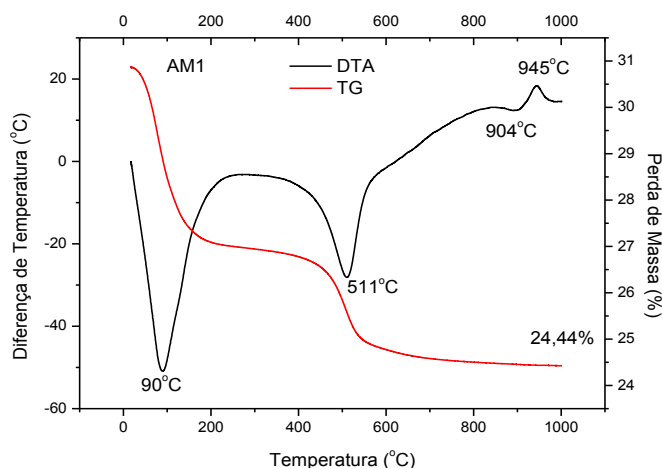


Figura 4.3: Curva de análises termogravimétrica e térmica diferencial de AM1.

Analisando a curva de DTA de AM1, Figura 4.3, foram observadas as seguintes transformações térmicas: intenso pico endotérmico com máximo em 90°C, caracterizando a presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico a aproximadamente 511°C, caracterizando a presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 904°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com

máximo em 945°C, característico da nucleação de mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG, pode-se observar que a perda total de massa de AM1 foi de 22,44%, correspondente às perdas de água e de hidroxila.

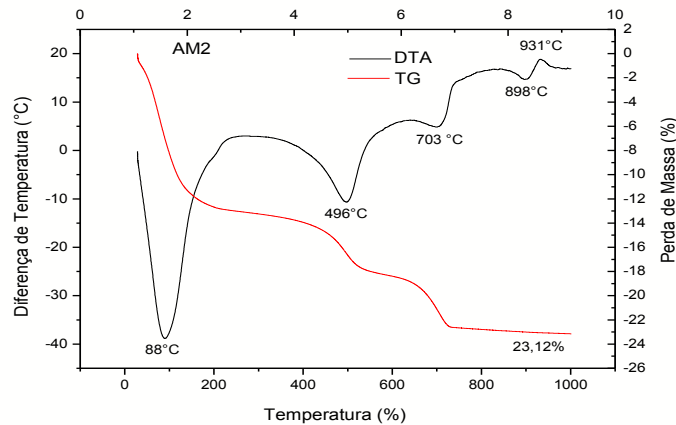


Figura 4.4: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM2

Analisando a curva de DTA de AM2, figura 4.4, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico com máximo em 88°C, característico da presença de água livre e adsorvida; banda endotérmica a aproximadamente 496°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 703°C, possivelmente relacionado a carbonato cálcio; pico endotérmico com máximo em 898°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 931°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG para AM2, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 23,12%.

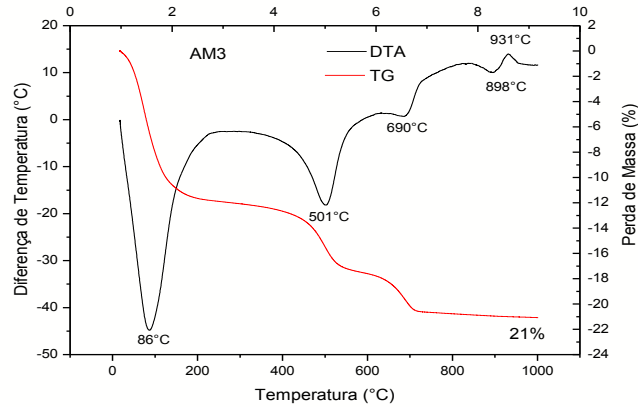


Figura 4.5: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM3

Analisando a curva de DTA de AM3, figura 4.5, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico com máximo em 86°C, característico da presença de água livre e adsorvida; banda endotérmica a aproximadamente 501°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 690°C, possivelmente relacionado a carbonato cálcio; pico endotérmico com máximo em 898°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 931°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG para AM3, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 21%.

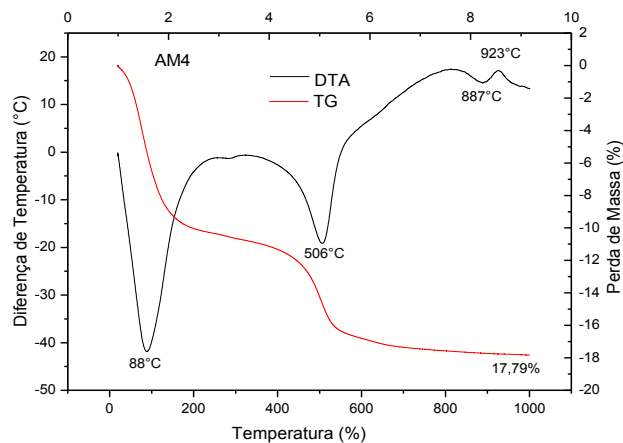


Figura 4.6: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM4

Analisando a curva de DTA de AM4, Figura 4.6, foram observadas as seguintes transformações térmicas: intenso pico endotérmico com máximo em 88°C, caracterizando a presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico a aproximadamente 506°C, caracterizando a presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 887°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 923°C, característico da nucleação de mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG, pode-se observar que a perda total de massa foi de AM4 foi de 17,79%, correspondente às perdas de água e de hidroxila.

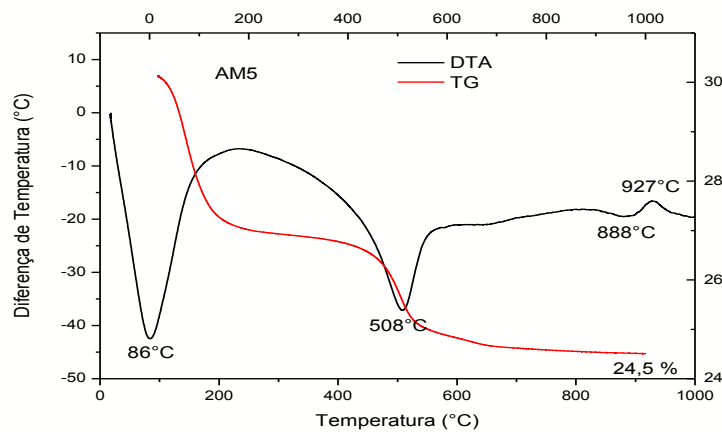


Figura 4.7: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM5

Analisando a curva de DTA de AM5, Figura 4.7, foram observadas as seguintes transformações térmicas: intenso pico endotérmico com máximo em 86°C, característico da presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico com máximo em 508°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 888°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 927°C, relacionado à nucleação de mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 24,5%.

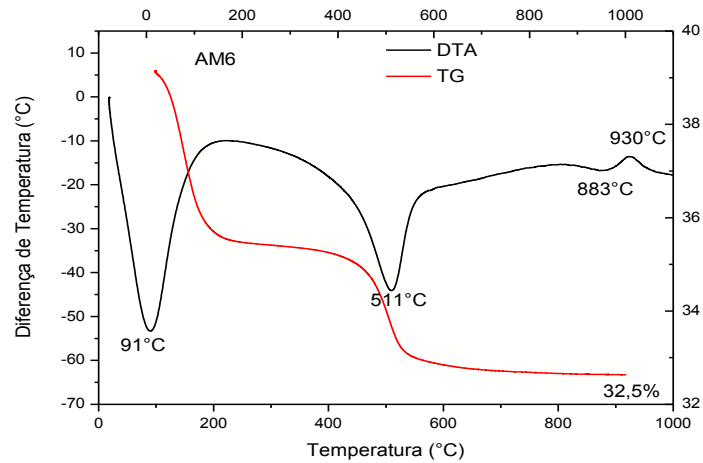


Figura 4.8: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM6

Analisando a curva de DTA de AM6, Figura 4.8, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico a 91°C característico da presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico com no máximo 511°C característico da perda de hidroxilas, pico endotérmico com máximo em 883°C característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 930°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 32,5%.

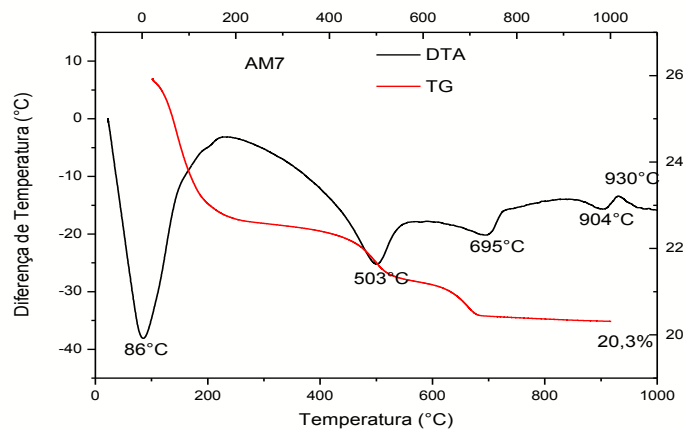


Figura 4.9: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM7

Analisando a curva de DTA de AM7, figura 4.9, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico com máximo em 86°C, característico da presença de água livre e adsorvida; banda endotérmica a aproximadamente 503°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 695°C, possivelmente relacionado a carbonato cálcio ; pico endotérmico com máximo em 904°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 930°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG para AM7, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 20,3%.

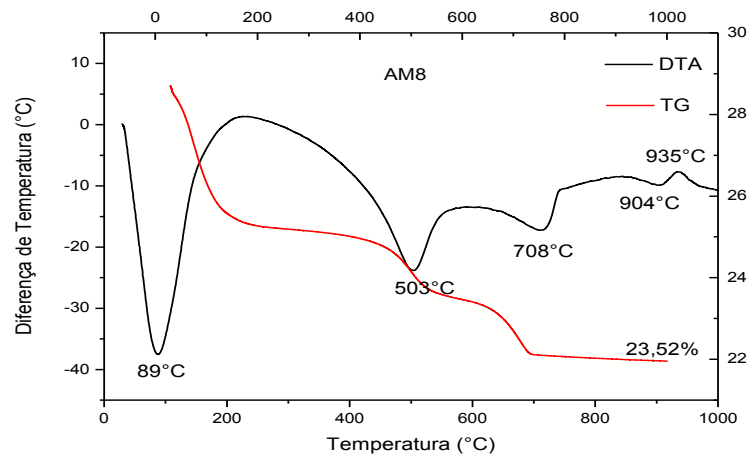


Figura 4.10: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM8

Analisando a curva de DTA de AM8, figura 4.10, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico com máximo em 89°C, característico da presença de água livre e adsorvida; banda endotérmica a aproximadamente 503°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 708°C, possivelmente relacionado a carbonato cálcio; pico endotérmico com máximo em 904°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 935°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG para AM8, foram

observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 23,52%.

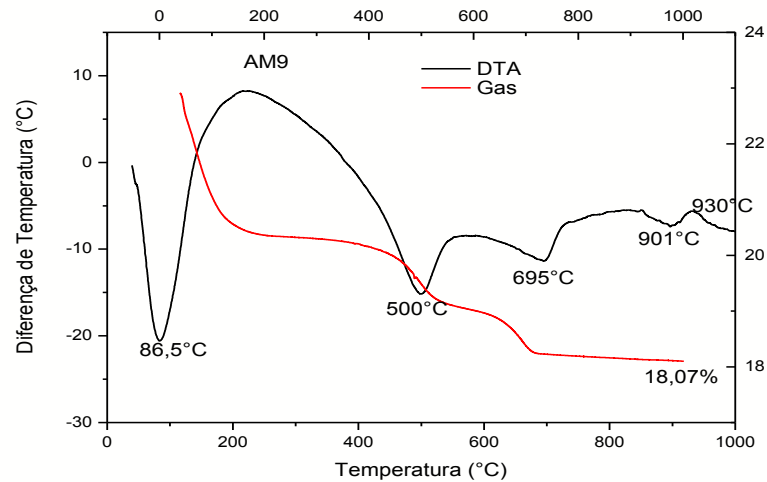


Figura 4.11: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM9

Analisando a curva de DTA de AM9, figura 4.11, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico com máximo em 86,5°C, característico da presença de água livre e adsorvida; banda endotérmica a aproximadamente 500°C, característico da presença de hidroxilas da folha octaédrica; pico endotérmico com máximo em 695°C, possivelmente relacionado a carbonato cálcio; pico endotérmico com máximo em 901°C, característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 930°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG para AM9, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 18,07%.

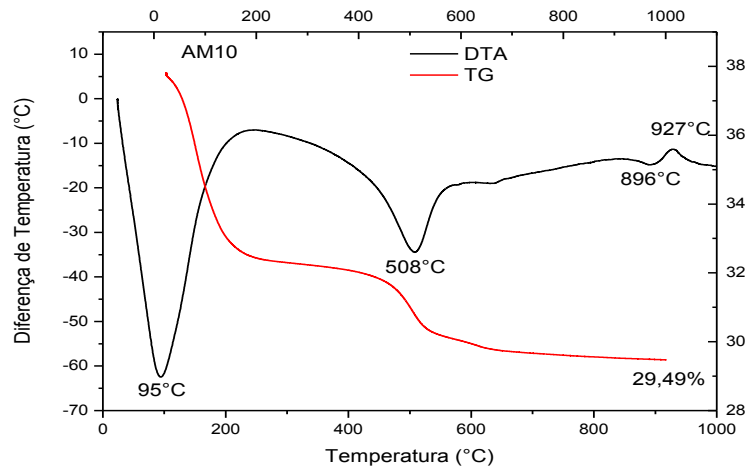


Figura 4.12: Curva de análise termogravimétrica e térmica diferencial de AM10

Analisando a curva de DTA de AM10, Figura 4.12, foram observadas as seguintes transformações térmicas: grande pico endotérmico a 95°C característico da presença de água livre e adsorvida; pico endotérmico com no máximo 508°C característico da perda de hidroxilas, pico endotérmico com máximo em 896°C característico da destruição do retículo cristalino e pico exotérmico com máximo em 927°C, característico da nucleação da mulita com liberação de quartzo β . Através da curva de TG de AM10, foram observados os eventos característicos da perda de água e perda de hidroxilas e uma perda total de massa de 29,49%.

Observou-se que somente as amostras AM2, AM3, AM7, AM8 e AM9 apresentaram pico endotérmico em torno de 701°C, característico da presença de calcita, estando de acordo com os resultados de composição química (Tabela 4.2).

Comparando os resultados dos termogramas com os valores encontrados por Silva et al., 2013 para as argilas de Pedra Lavrada, PB, bem como Menezes et al., 2009 para as argilas de Cubatí – PB, observa-se que são similares, evidenciando um comportamento típico das argilas bentoníticas.

As Figuras 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 e 4.17 apresentam os difratogramas das amostras AM1, AM2, AM3, AM4, AM5, AM6, AM7, AM8, AM9 e AM10 naturais e tratadas com etileno glicol.

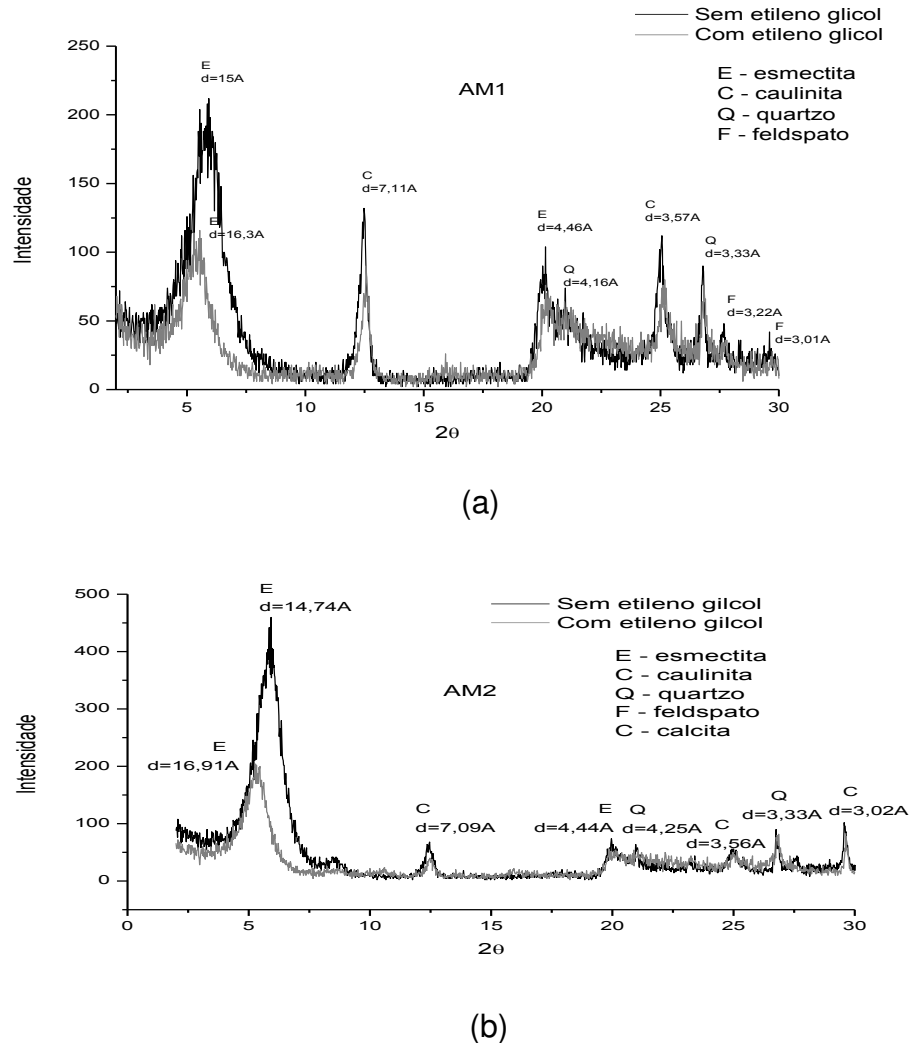
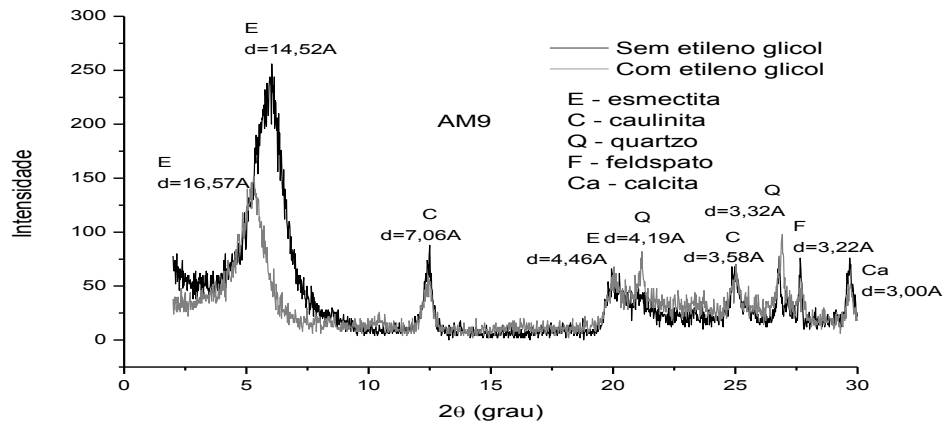
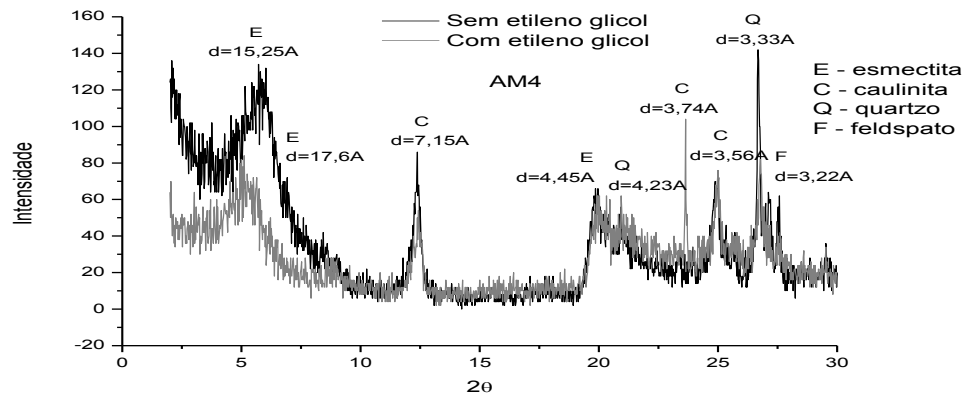


Figura 4.13: DRX das argilas AM1 e AM2 naturais e tratadas com etileno glicol.

Analisando os difratogramas das Figuras 4.13 (a) e 4.13 (b), verifica-se a presença do argilomineral esmectítico, o qual foi comprovado quando tratado com etileno glicol, onde ocorreu a mudança da distância interplanar basal de 15Å para 17Å para AM1 e de 14,74Å para 16,91Å para AM2. Também foram observados a presença dos argilominerais caulinita caracterizado pela distância interplanar de 7,11Å e 3,57Å para AM1 e de 7,09Å e 3,56Å para AM2, feldspato caracterizado pela distância interplanar de 3,22Å e 3,01Å para AM1, quartzo caracterizado pelas distâncias interplanares de 4,16Å e 3,33Å para AM1 e de 4,25Å e 3,33Å para AM2 e calcita caracterizada pela distância interplanar de 3,02 Å, pode se observar que este resultado está de acordo com a composição química (Tabela 4.2) que evidencia a presença de calcita em AM2.



(a)



(b)

Figura 4.14: DRX das argilas AM3 e AM4 naturais e tratadas com etileno glicol.

Nota-se nos difratogramas das Figuras 4.14 (a) e 4.15 (b) que a presença do argilomineral esmectítico foi comprovada com a adição de etileno glicol que modificou a distância interplanar basal de 14,52Å para 16,57Å para a amostra AM3 e de 15,25Å para 17,6Å em AM4. Também foram observados a presença dos argilominerais caulinita caracterizado pela distância interplanar basal de 7,06Å e 3,58Å para a AM3 e de 7,15 Å, 3,74 Å e 3,56 Å para AM4 , feldspato caracterizado pela distância de interplanar basal de 3,22 Å para AM3 e de 3,22Å para AM4, quartzo caracterizado pelas distâncias interplanares de 4,19Å e 3,32Å para AM3 e de 4,23 Å e 3,33 Å para AM10, e calcita caracterizada pela distância interplanar de 3,0 Å, pode se observar que este resultado está de

acordo com a composição química (Tabela 4.2) que evidencia a presença de calcita em AM4.

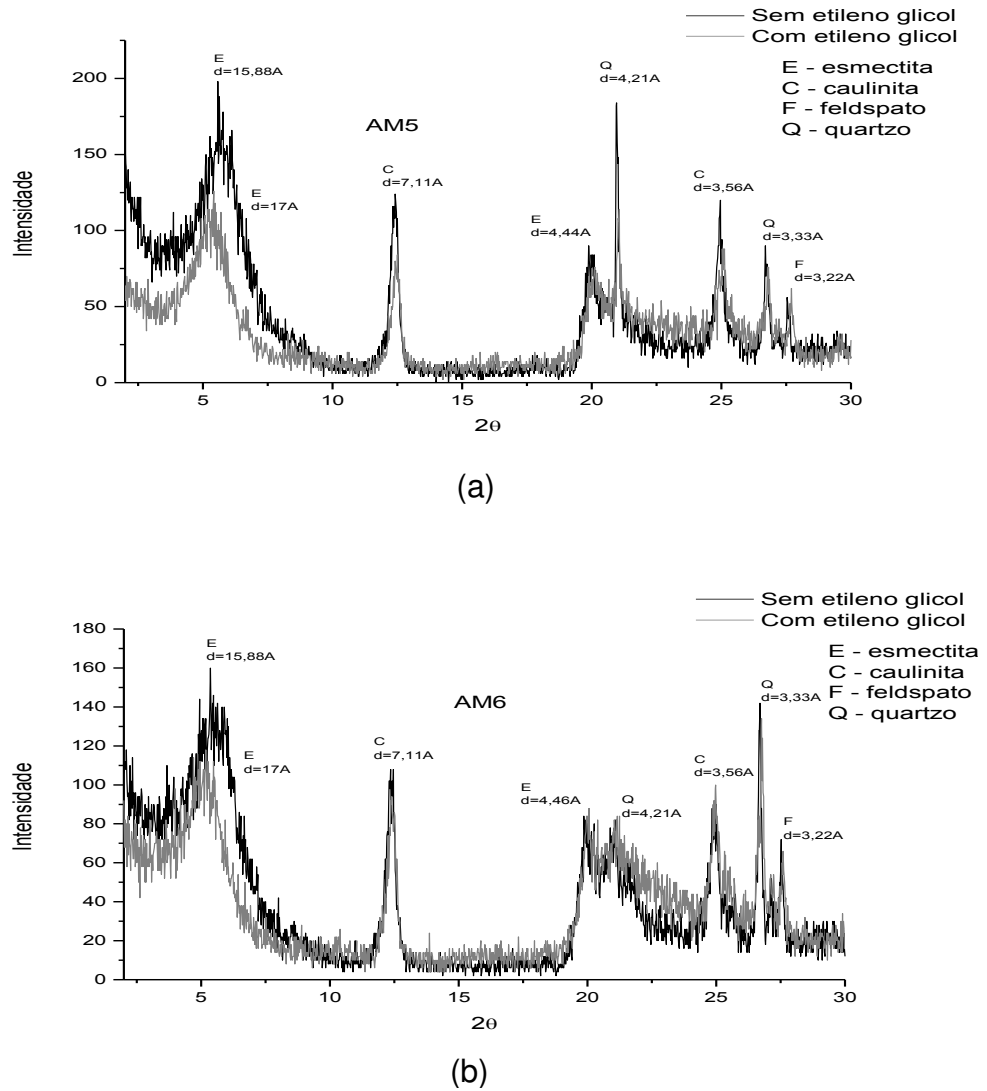


Figura 4.15: DRX das argilas AM5 e AM6 naturais e tratadas com etileno glicol.

Percebe-se nos difratogramas das Figuras 4.15(a) e 4.15(b), a presença do argilomineral esmectítico, o qual foi comprovado quando tratado com etileno glicol, onde ocorreu a mudança da distância interplanar basal de 15,88Å para 17Å para as amostras AM5 e AM6. Também foram observados a presença dos argilominerais caulinita caracterizado pelas distâncias interplanares de 7,11Å e 3,56Å, feldspato caracterizado pela distância interplanar de 3,22Å e quartzo caracterizado pela distância interplanar de 4,21Å e 3,33Å.

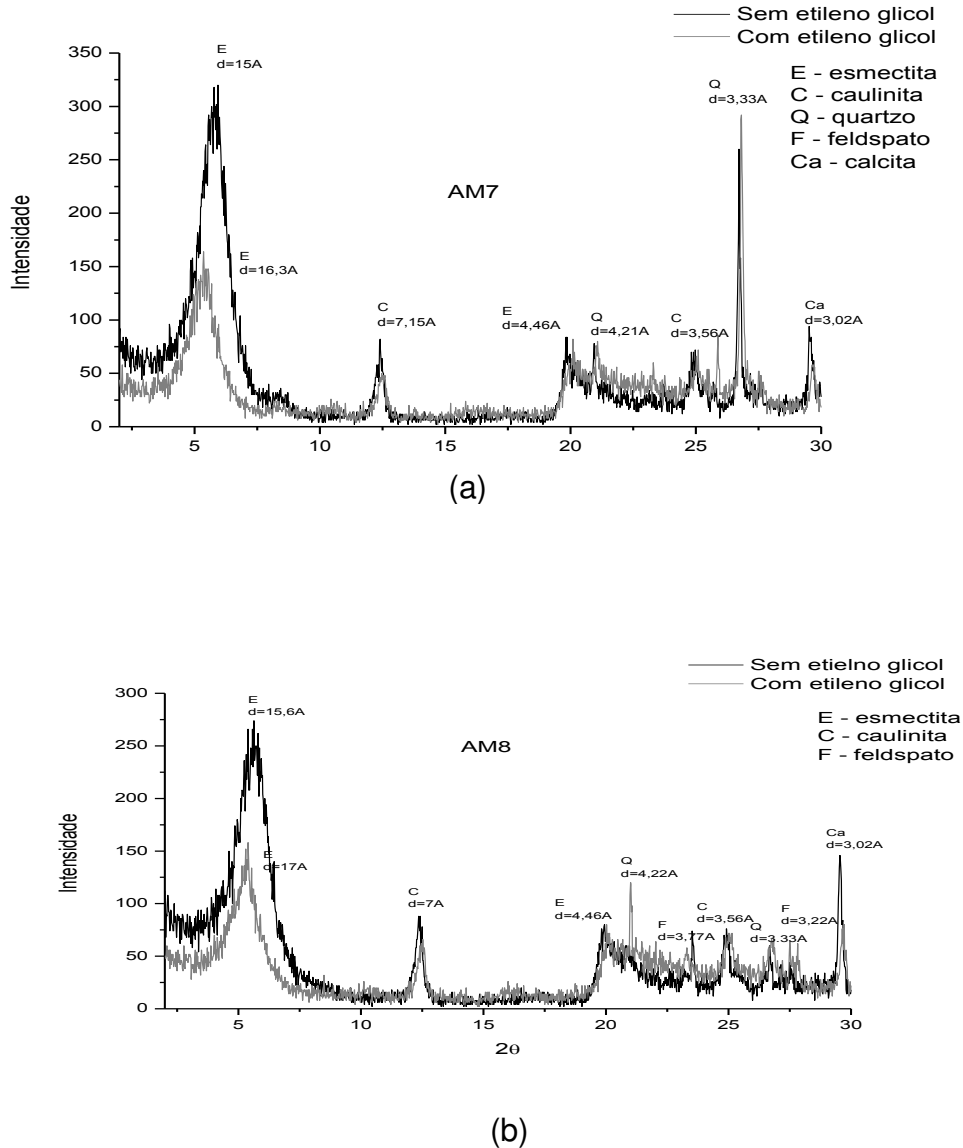


Figura 4.16: DRX das argilas AM7 e AM8 naturais e tratadas com etileno glicol.

Observa-se através dos difratogramas das Figuras 4.16 (a) e 4.16 (b) que a presença do argilomineral esmectítico foi comprovada com a adição de etileno glicol que modificou a distância interplanar basal de 15Å para 16,3Å para a amostra AM7 e de 15,6Å para 17Å para AM8. Também foram observados a presença dos argilominerais caulinita caracterizado pela distância interplanar basal de 7,15Å e 3,56Å para a AM7 e de 7Å e 3,56Å para AM8, feldspato caracterizado pela distância de interplanar basal de 3,22Å para AM8, quartzo caracterizado pelas distâncias interplanares de 4,21Å e 3,33Å para AM7 e de 4,22Å e 3,33Å para AM8, e calcita caracterizada pela distância interplanar de 3,02 Å para AM7 e AM8, pode se observar que este resultado

está de acordo com a composição química (Tabela 4.2) que evidencia a presença de calcita em AM7 e AM8.

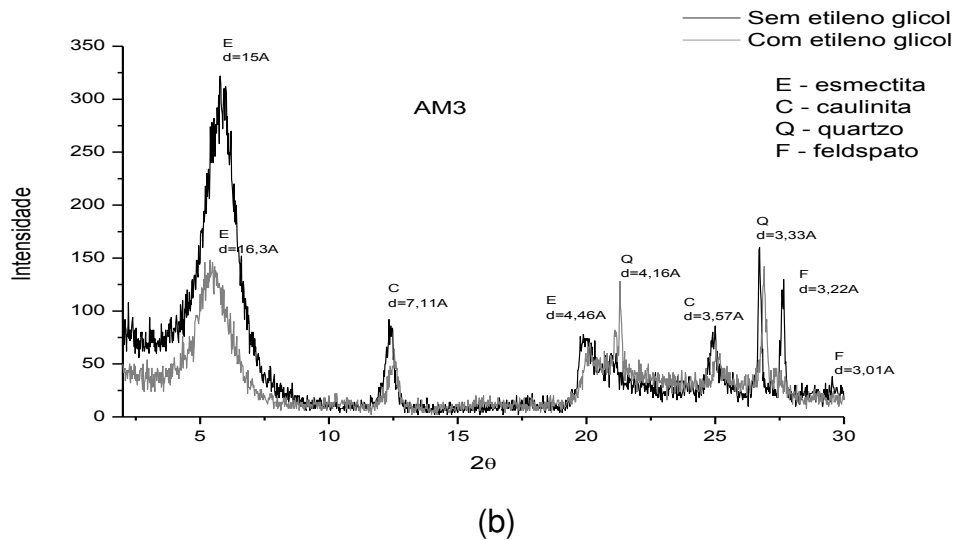
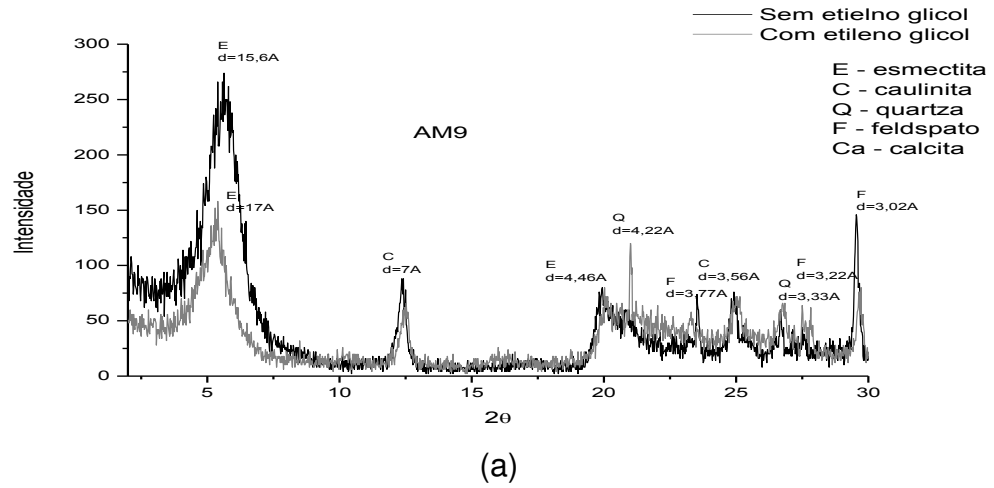


Figura 4.17: DRX das argilas AM9 e AM10 naturais e tratadas com etileno glicol.

Nota-se através dos difratogramas das Figuras 4.17 (a) e 4.17 (b) que a presença do argilomineral esmectítico foi comprovada com a adição de etileno glicol que modificou a distância interplanar basal de 15,6Å para 17Å para a amostra AM9 e de 15Å para 16,3Å em AM10. Também foram observados a presença dos argilominerais caulinita caracterizado pela distância interplanar basal de 7Å e 3,56Å para a AM9 e de 7,11Å e 3,57Å para AM10, feldspato

caracterizado pela distância de interplanar basal de 3,77Å e 3,22Å para AM9 e de 3,22Å para AM10, quartzo caracterizado pelas distâncias interplanares de 4,22Å e 3,33Å para AM9 e de 4,16Å e 3,33Å para AM10, e calcita caracterizada pela distância interplanar de 3,02 Å para AM9, pode se observar que este resultado está de acordo com a composição química (Tabela 4.2) que evidencia a presença de calcita em AM9.

Segundo estudo de Silva et al.(2013), as argilas bentoníticas do Município de Pedra Lavrada, PB apresentaram as fases mineralógicas: esmectita, caulinita e quartzo, sendo esses resultados similares as argilas do município de Sossego, PB.

Após as análises dos resultados decidiu-se que a partir deste ponto da pesquisa iremos dar continuidade a discussão dos resultados das caracterizações apenas para as quatro amostras iniciais.

Na Tabela 4.3 estão apresentados os resultados de capacidade de troca de cátions, determinadas através do método de azul de metileno das amostras estudadas.

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

Argilas	Capacidade de troca de cátions (meq/100g)
AM1	48
AM2	56
AM3	52
AM4	44

Analisando os valores da Tabela 4.3, verifica-se que as amostras apresentaram valores de CTC praticamente similares, sendo inferiores a faixa dos argilominerais do grupo das esmectitas (80 a 150meq/100g), em virtude da presença de minerais acessórios em grande quantidade (SOUZA SANTOS, 1992).

4.2 Propriedades reológicas

A Tabela 4.4 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das dispersões argila-água, sem aditivo.

Tabela 4.4: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das dispersões argila-água

AMOSTRAS	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	1,0	1,0	10,61	217,2
AM2	2,0	2,0	10,53	185,2
AM3	1,5	1,0	10,69	193,04
AM4	1,5	1,0	10,34	223,8

Pela Tabela 4.4 nota-se que as dispersões argila-água apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 1,0 a 2,0 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 2,0 cP e volume de filtrado (VF) variando de 185,2 até 223,8ml. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 9,0.

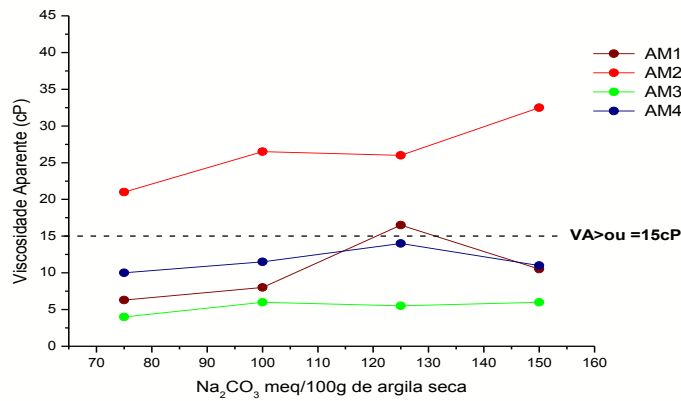
Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), nenhuma das dispersões atingiu as especificações para uso de bentonita em fluidos de perfuração de poços de petróleo, pois não apresentaram valores de VA superior ao valor mínimo especificado que é de 15Cp, nem valores de viscosidade plástica, que segundo a mesma norma é de no mínimo 4,0Cp, para os valores do filtrado todas as amostras apresentaram um valor superior ao valor máximo estabelecido pela especificação da Petrobrás que é de 18ml, e para o valor de pH, todos os valores estão um pouco mais elevados do que a especificação que é de no máximo 10,0.

Observou-se através das propriedades reológicas das dispersões argila-água um péssimo comportamento reológico uma vez que as argilas policatiônicas tem característica de restringir a quantidade de água adsorvida

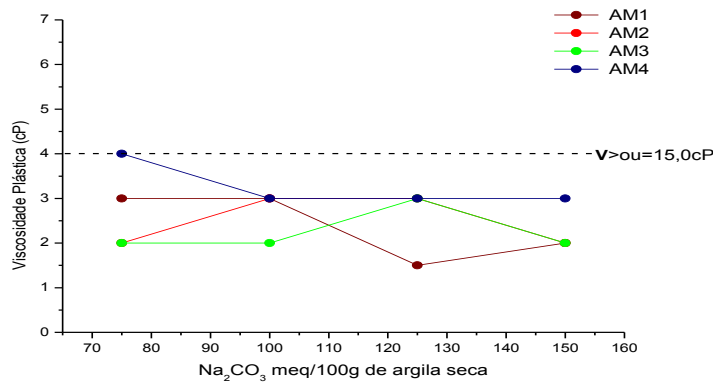
entre as partícula, devido a interações elétricas e de massa (SILVA e FERREIRA, 2008).

Assim como nos estudos desenvolvidos por El-Mahllawy et al.,(2013), notou-se que as amostras não ativadas não podem ser usadas como fluido de perfuração, pois não apresentam propriedades reológicas adequadas para essa aplicação.

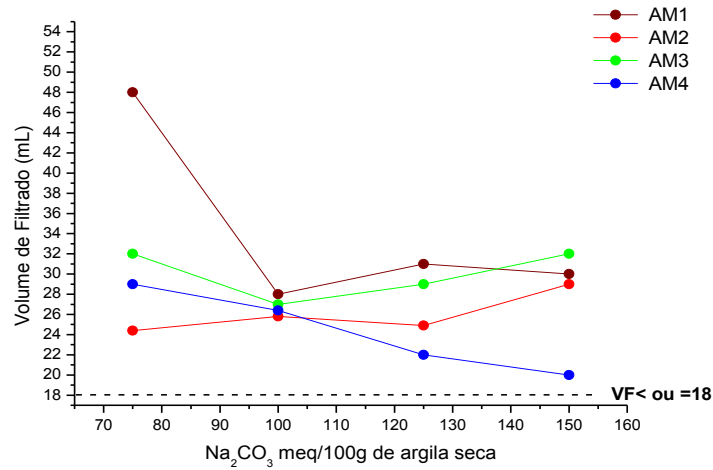
A Figura 4.18 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das amostras ativadas com carbonato de sódio, objetivando avaliar sua adequação como agente viscosificante em fluidos de perfuração de poços de petróleo.



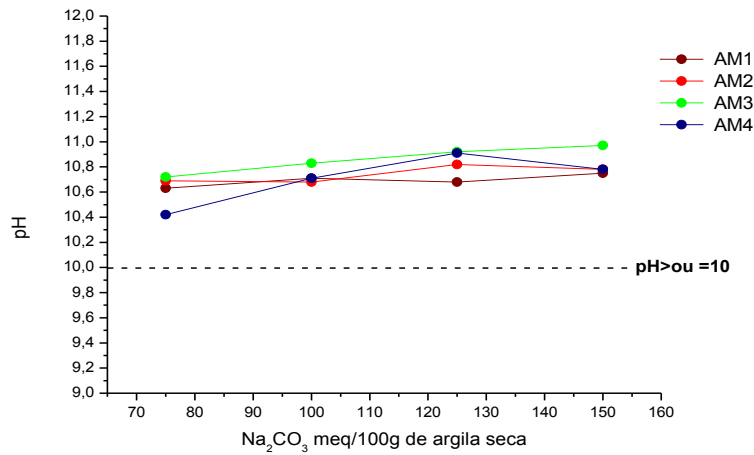
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.18: Propriedades reológicas das amostras ativadas com Na_2CO_3 : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela Figura 4.18 notou-se que as argilas apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 4,0 a 32,5 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,5 até 4,0 cP e volume de filtrado (VF) variando de 20,0 até 48,0. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 10.

Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que AM1 a uma concentração 125

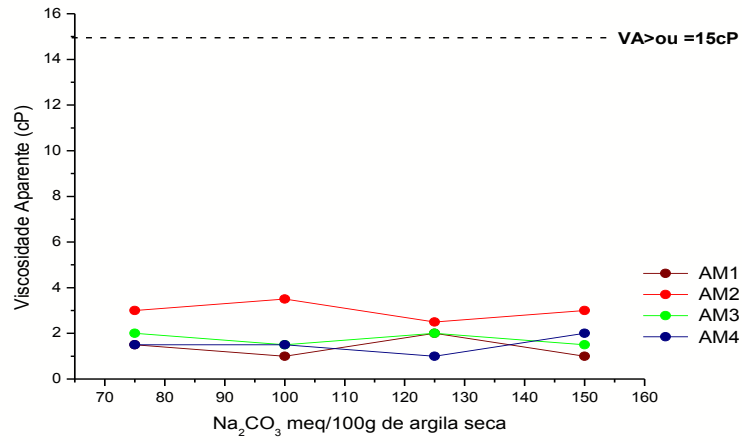
meq/100g, e para todas as concentrações de AM2, os valores de VA foram superiores ao valor mínimo especificado pela normalização que é de 15Cp. Em contrapartida as amostras AM3 e AM4 apresentaram valores inferiores ao especificado pela Petrobrás. Para os valores de viscosidade plástica, que segundo a mesma norma é de no mínimo 4,0Cp, verificou-se que o melhor resultado foi para a concentração de 75 meq/100g de AM4. Analisando os valores do volume de filtrado, todas as amostras apresentaram um valor superior ao valor máximo estabelecido pela especificação da Petrobrás que é de 18ml. Para o valor de pH, todos os valores estão um pouco mais elevados do que a especificação que é no máximo 10,0.

As dispersões preparadas com a bentonita AM4 apresentaram valores muito baixos de VA e VP, o que pode ser explicado pelo alto teor de minerais acessórios como evidenciado pelos difratogramas obtidos pela análise de DRX.

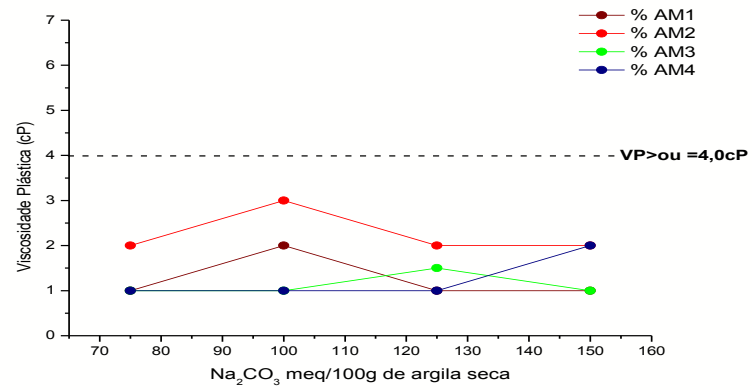
Numa análise conjunta dos valores obtidos, observou-se que os resultados mais satisfatórios, de uma forma geral, foram para a amostra AM2, pois foram as amostras que apresentaram os maiores valores de VA. Esse comportamento pode ser explicado devido a maior capacidade de troca de cátions, que tem influencia direta nos valores de VA, VP e VF.

As propriedades dos fluidos hidroargilosos são bastante influenciadas pelo tipo e concentração de argila. Para os fluidos preparados com a argila aditivada com carbonato de sódio observou-se, de modo geral, melhor comportamento reológico e menor perda por filtração, quando comparado aos resultados das propriedades reológicas dos fluidos preparados com as argilas sem aditivação. Para uma argila sódica, adequada para fluidos de perfuração, a variação da viscosidade pode ser explicada através das interações eletrostática e de massa. Essas interações promovem a formação de reticulados mais rígidos, que retêm as moléculas de água, fazendo com que haja a diminuição da quantidade de água livre no sistema, aumentando a viscosidade, reduzindo o VF (AMORIM et al., 2005-a).

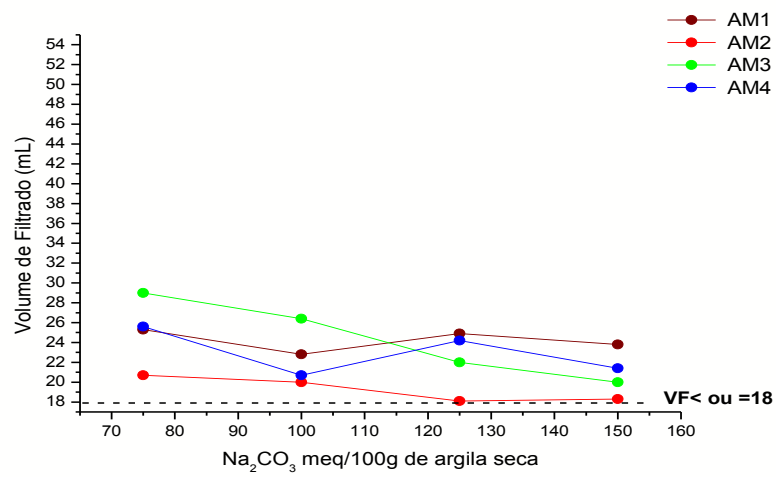
A Figura 4.19 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com hexametáfosfato de sódio.



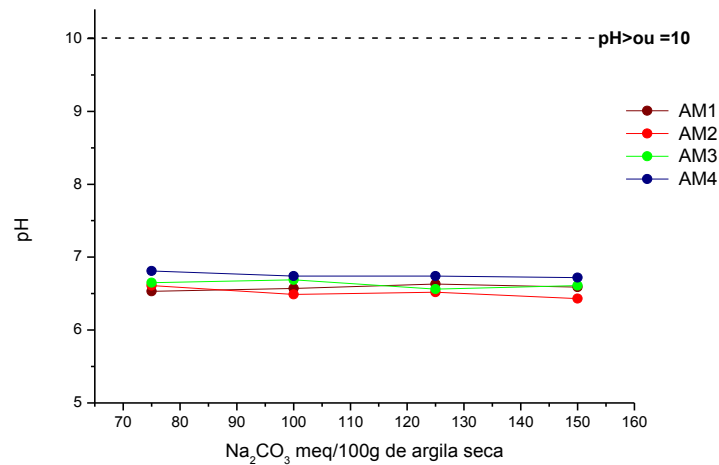
(a)



(b)



(c)



(d)

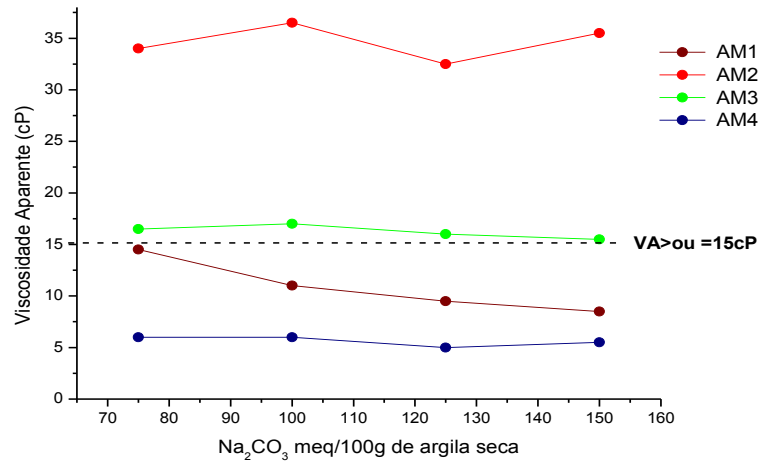
Figura 4.19: Propriedades reológicas das amostras ativadas com hexametáfosfato de sódio : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela Figura 4.19 pode-se notar que as argilas apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 1,0 a 3,5 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 18,1 até 29,0 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores em torno de 6.

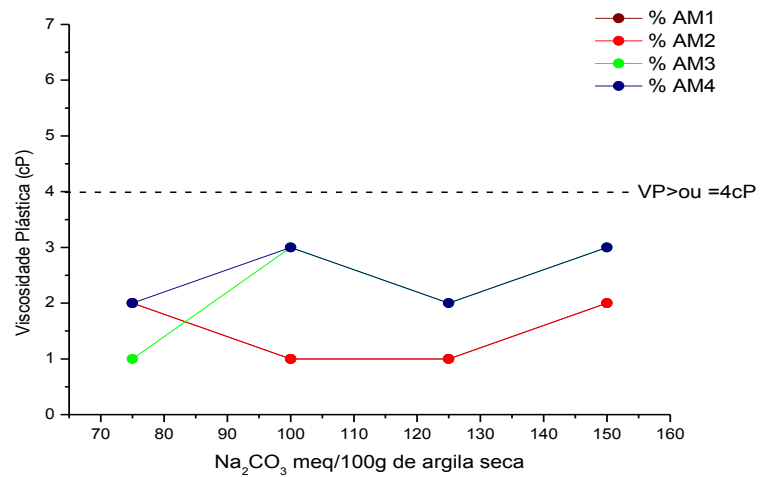
Analisando-se os resultados reológicos das dispersões preparadas com as amostras ativadas com hexametáfosfato de sódio verificou-se que os maiores valores de VA foram para AM2, no entanto comparando-se esses valores com as normas da Petrobras (2011), verificou-se que os valores de VA foram inferiores ao mínimo especificado. Para os valores de VP e VF, verificou-se que nenhum resultado foi satisfatório. Para o valor de pH, observou-se que todos os valores estão dentro da especificação da Petrobras (2011) que é no máximo 10,0.

Comparando os resultados obtidos (Figura 4.19) com os resultados do comportamento reológico das dispersões preparadas com as amostras ativadas utilizando do utilizando Na₂CO₃, observou-se que as dispersões preparadas com as amostras ativadas com hexametáfosfato de sódio não apresentaram um bom comportamento reológico, comprovando assim o efeito dispersante do hexametáfosfato de sódio

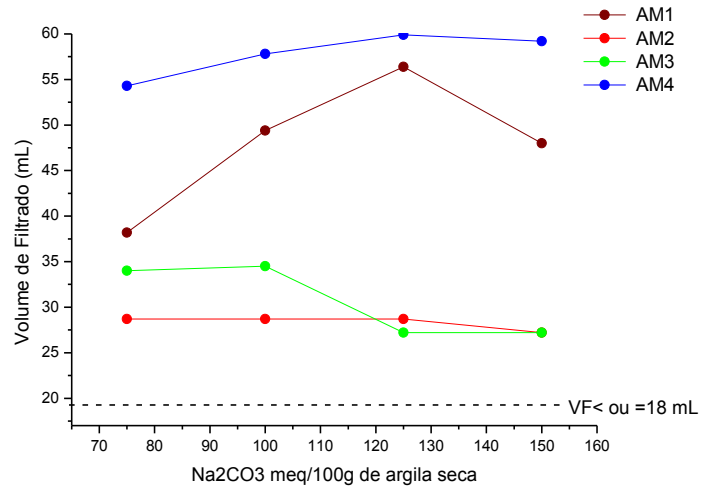
A Figura 4.20 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$.



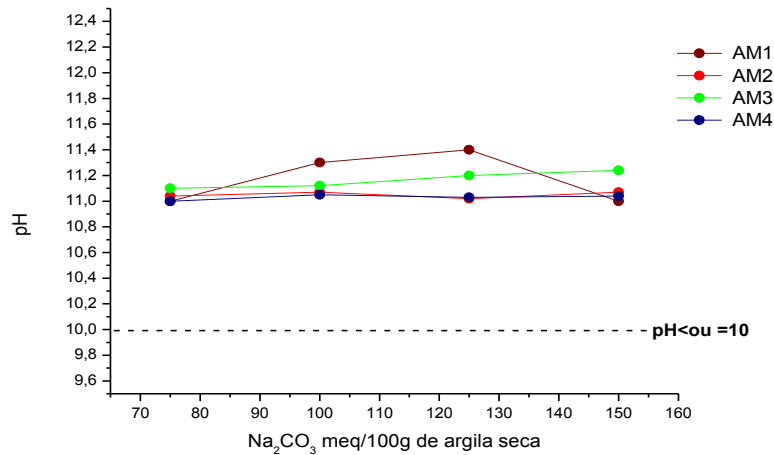
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.20: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) Ph

Pela figura 4.20 pode-se notar que as bentonitas apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 5,0 a 36,5 cP , viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 27,2 até 59,9 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

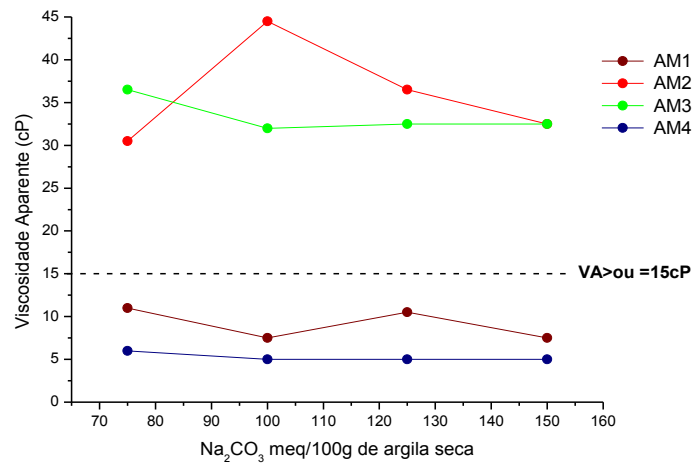
Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras AM2 e AM3 apresentaram VA superiores ao valor mínimo especificado. Para os valores de VP, verificou-se que nenhuma amostra alcançou o valor especificado. Para os valores do filtrado e Ph, todas as amostras apresentaram um valor superior ao valor máximo estabelecido pela especificação da Petrobrás.

De acordo com a Figura 4.20, observou-se que as dispersões preparadas com as amostras ativadas com carbonato de sódio combinado com óxido de magnésio apresentaram um melhor comportamento reológico, quando comparadas as propriedades reológicas das dispersões preparadas, com as amostras ativadas com carbonato de sódio (Figura 4.18). Segundo Karaguzel (2010), isso pode ser explicado, pois MgO controla a ativação da bentonita através heterocoagulação. Já a ativação com Na_2CO_3 , é regida principalmente por troca iônica.

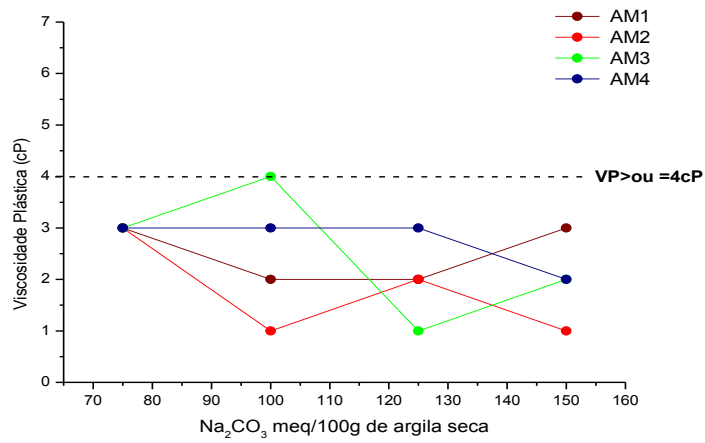
Os sais de Mg nas dispersões aquosas podem estar presentes em várias espécies. Em suspensões de bentonita, a adição de MgO resulta em várias formas, tais como íons de Mg^{+2} , MgOH^+ e $\text{Mg}(\text{OH})_2(\text{s})$, dependendo do pH. Para valores do pH acima de 9,5, íons de Mg^{+2} são convertidos em íons de MgOH^+ e $\text{Mg}(\text{OH})_2(\text{s})$, dependendo da concentração de Mg total na solução. A formação de MgOH^+ pode conferir viscosidades mais elevadas, devido a formação de estrutura do tipo gel, ou seja, o óxido de magnésio age como modificador de carga superficial das partículas, tornando-as positivas, propiciando a formação de castelo de cartas (Karaguzel. 2010).

Verificou-se que houve uma melhora significativa nas propriedades reológicas das amostras AM2 e AM3 (Figura 4.20), possivelmente relacionado à presença do mineral acessório calcita. O mesmo comportamento não foi observado para as amostra AM1 e AM4, podendo ser justificado pela presença do argilomineral caulinita.

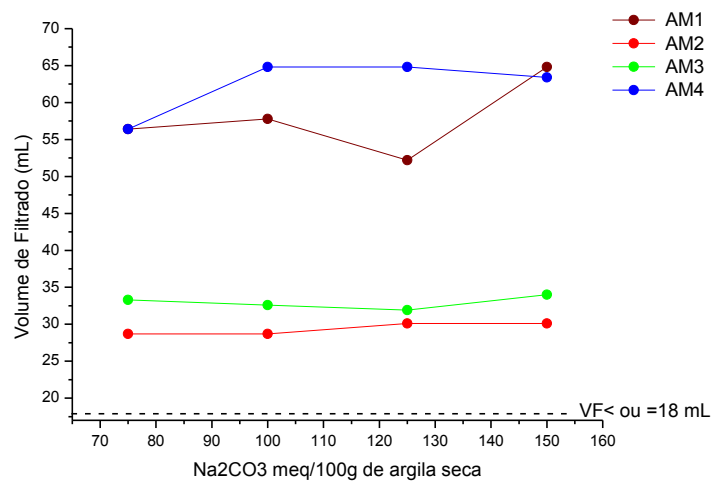
A figura 4.21 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO obtido da calcinação de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a 1000°C .



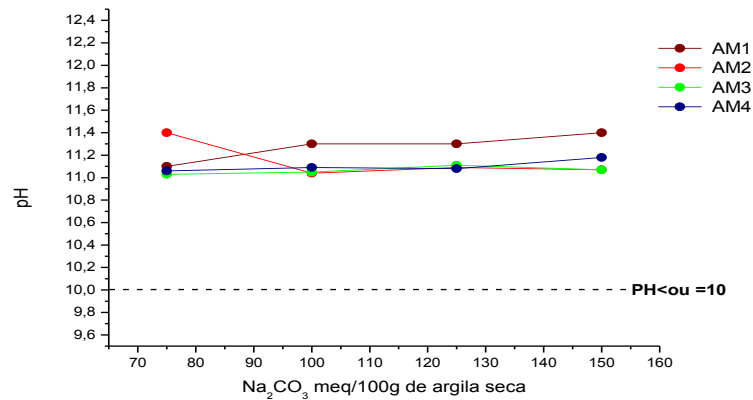
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.21: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO obtido da calcinação de MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

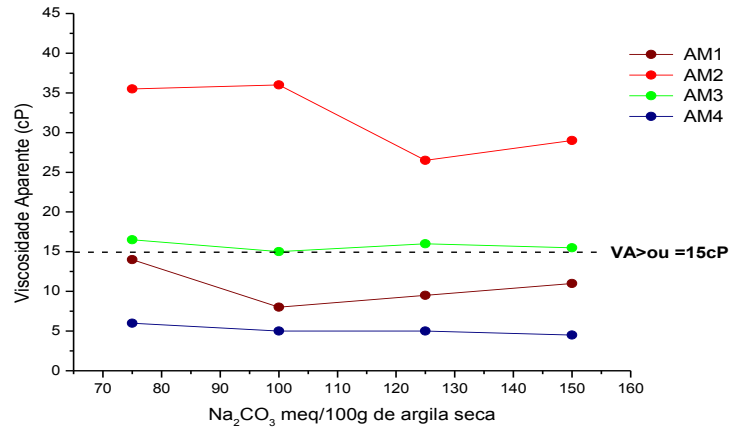
Pela Figura 4.21 notou-se que as bentonitas apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 5,0 a 44,5 cP , viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 4,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 28,7 até 64,8 mL.Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

Ao se comparar esses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras AM2 e AM3 apresentaram valores VA que atendem especificação. Para os valores de VP, verificou-se que somente AM3 com teor de 100 meq/100g de Na_2CO_3 alcançou o valor especificado. Para os valores do filtrado e Ph todas as amostras apresentaram um valor superior ao estabelecido pela especificação.

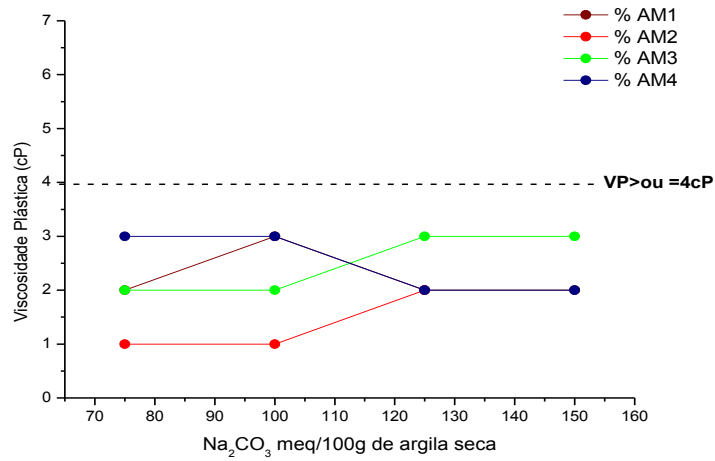
Para as amostras ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO (Figura 4.21) observou-se melhores propriedades reológicas quando comparadas aos resultados das amostras ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO (Figura 4.20), isso pode ser explicado, pois uma maior concentração de MgO, propicia uma maior interação entre as partículas do MgO com as partículas das argilas, acarretando em uma maior gelificação.

A Figura 4.22 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a

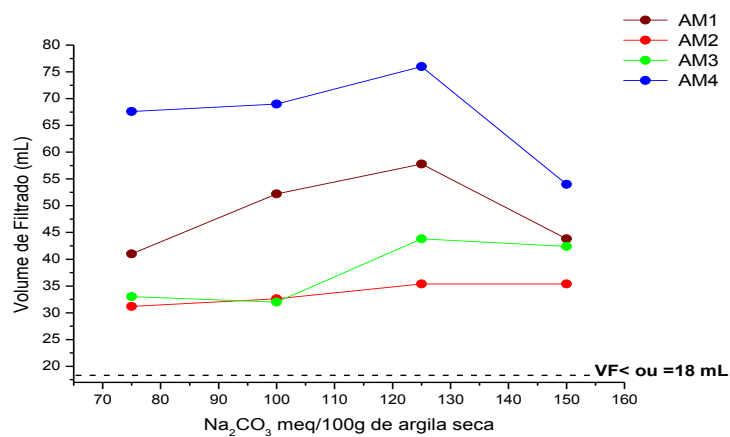
caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$.



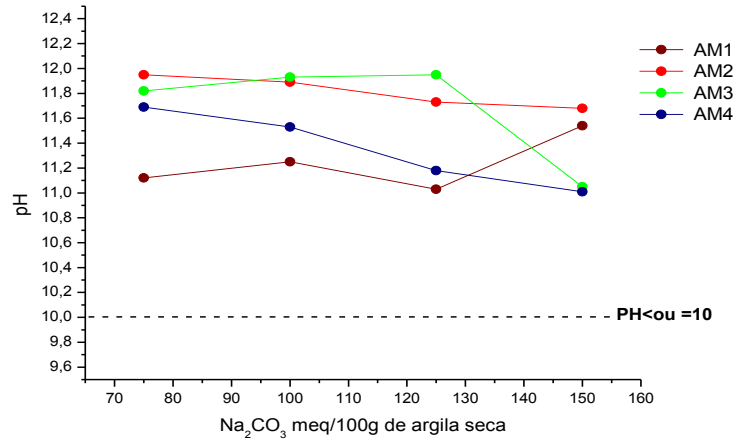
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.22: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C : (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica ; (c) Volume de Filtrado e (d)pH

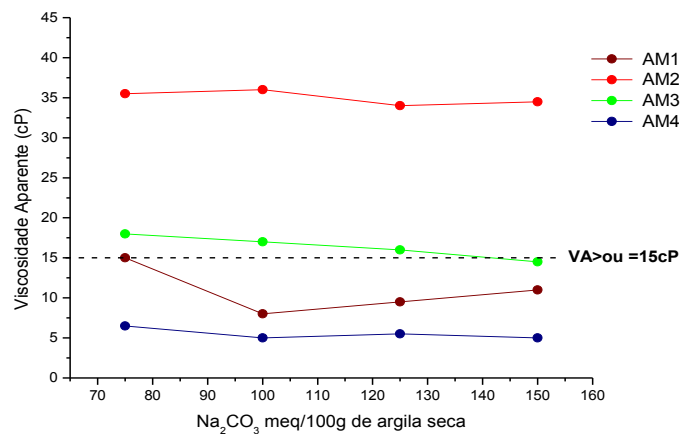
Pela Figura 4.22 notou-se que as bentonitas apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 5,0 a 36,5 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 31,2 até 76,0 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

Comparando os resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras AM2 e AM3 apresentaram valores de VA iguais ou superiores ao valor mínimo especificado pela normalização. Para os valores de VP, verificou-se que nenhuma bentonita atingiu o valor mínimo especificado, e para o pH e volume de filtrado, observou-se que todos os valores são superiores ao especificado pela norma.

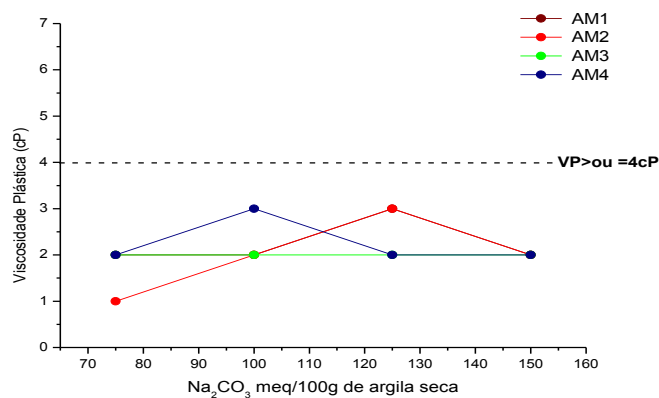
Observou-se que não houve nenhuma melhora no comportamento reológico das amostras ativadas com carbonato de sódio combinadas com 3% óxido de magnésio (Figura 4.22), quando comparadas com as amostras ativadas com carbonato de sódio combinadas com 2% óxido de magnésio (Figura 4.21). Esse fato pode ser explicado, pois um dos principais efeitos para

se obter uma suspensão de bentonita com boas propriedades reológicas, é determinada pela quantidade de íons de sódio e de magnésio, que é responsável pelo o aumento da delaminação na suspensão, no entanto acima de um certo nível de concentração de íons multivalentes, há a formação de um efeito coagulante, gerando uma diminuição da viscosidade. (ABEND E LAGALY, 2000; ERDOĞAN E DEMIRCI, 1996).

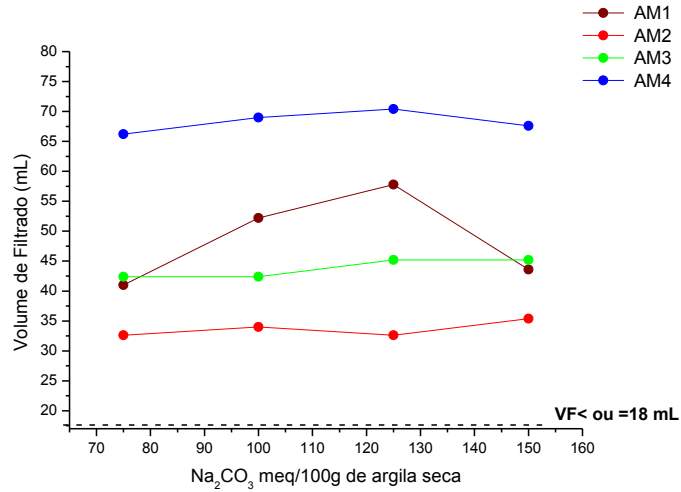
A Figura 4.23 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$.



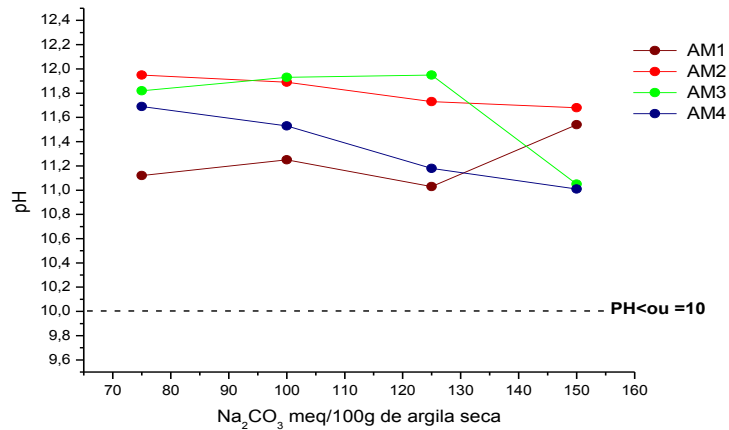
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.23: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação do MgOH a 1000°C: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica e (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela Figura 4.23 nota-se que as amostras apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 5,0 a 36,0 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 32,6 até 70,4 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

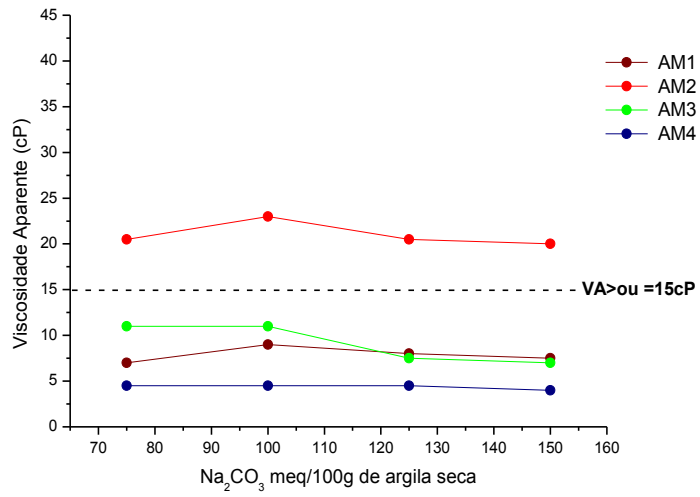
Comparando os resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras AM2 e AM3 apresentaram valores de VA iguais ou superiores ao valor mínimo especificado pela normalização. Para os valores de viscosidade plástica, notou-se que nenhuma amostra atingiu o valor mínimo exigido. Para os resultados de volume de filtrado e pH observou-se que todos os valores são superiores ao especificado pela norma.

Para as amostras ativadas com carbonato de sódio e 4% de MgO (Figura 4.23) observou-se comportamento reológico semelhante, quando comparadas aos resultados das amostras ativadas com carbonato de sódio e 3% de MgO (Figura 4.22), evidenciando que uma maior concentração de óxido de magnésio não influenciou no comportamento reológico das dispersões.

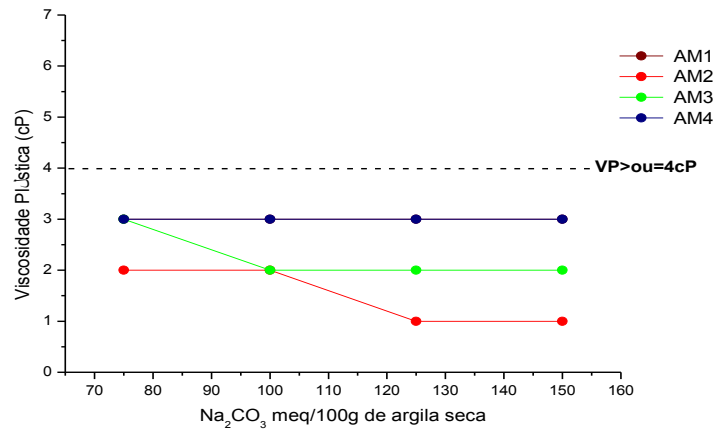
Em uma análise conjunta de todos os resultados obtidos a partir da ativação da mistura de carbonato de sódio combinado com óxido de magnésio, observou-se que as amostras AM1 e AM4 apresentaram propriedades reológicas abaixo das especificações para todas as concentrações estudadas de MgO (Figuras 4.20, 4.21, 4.22 e 4.23), já as amostras AM2 e AM3 apresentaram propriedades reológicas que satisfizeram parcialmente as especificações da norma da Petrobrás. Observou-se também a elevação do Ph das amostras tratadas com a mistura, devido a hidratação do óxido de magnésio que se transformou em hidróxido.

No geral, no que diz respeito a adição de MgOH calcinado a 1000°C combinado com Na₂CO₃, o que notou-se foi uma condução de uma melhoria nas propriedades reológica das dispersões, quando comparadas às dispersões aditivadas somente com Na₂CO₃, onde as melhores propriedades reológicas foram atingidas pela combinação de 2% de MgO e Na₂CO₃ (Figura 4.21)

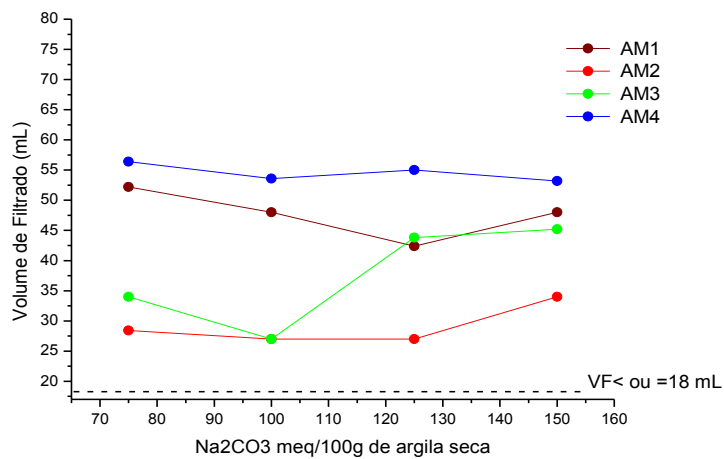
A Figura 4.24 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO obtido da calcinação de Mg(OH)₂ a 800°C.



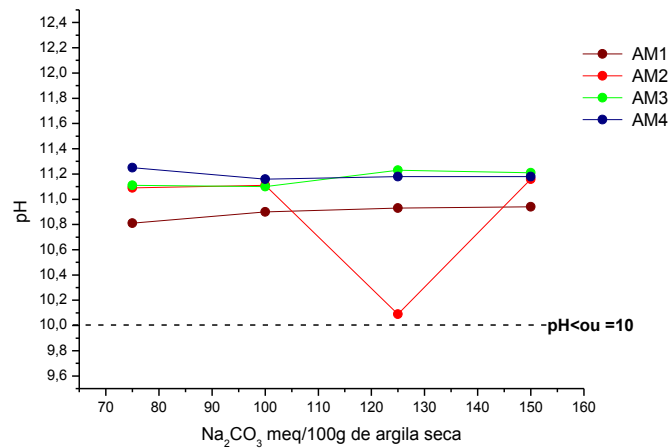
(a)



(b)



(c)



(d)

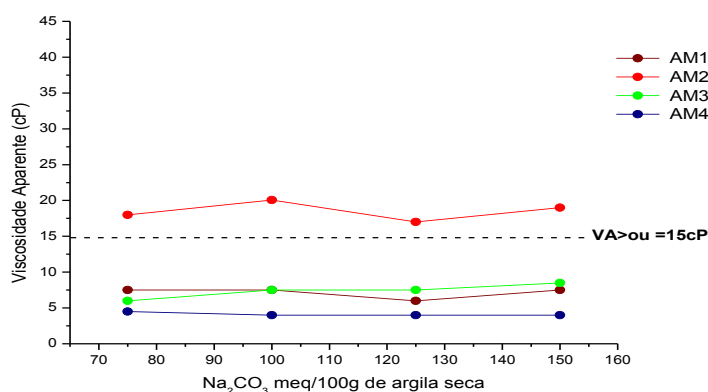
Figura 4.24: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela figura 4.24 pode-se notar que as amostras apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 4,0 a 23,0 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 1,0 até 3,0 cP e volume de filtrado (VF) variando de 27,0 até 56,6 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

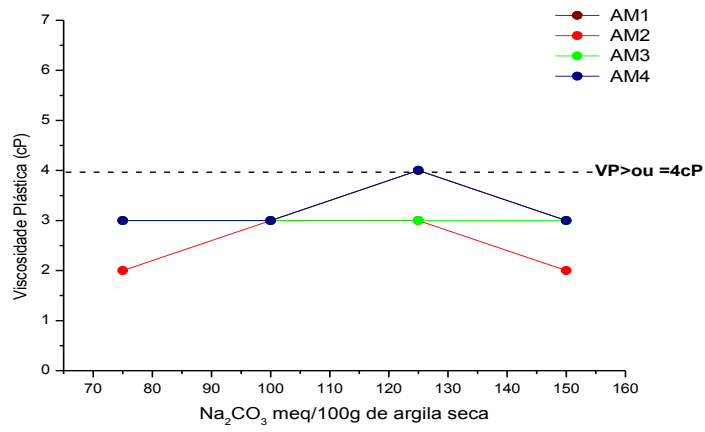
Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras de AM2 apresentaram valores de VA superiores ao valor mínimo especificado pela normalização. Para os valores de VP, verificou-se que nenhuma amostra apresentou o valor mínimo especificado. Para os valores do filtrado e pH, observou-se resultados superiores ao máximo especificado pela norma.

Ao se comparar os resultados das amostras ativadas com carbonato de sódio e óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$ (Figura 4.20, 4.21, 4.22 e 4.23), com as amostras ativadas com carbonato de sódio e óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$ (Figura 4.24), verificou-se que as melhores propriedades reológicas foram as das suspensões preparadas com óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$. Segundo a pesquisa realizada por Cinku (2013), esse fato pode ser explicado, pois as amostras ativadas com carbonato de sódio e óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $1000^\circ C$ possuem uma maior interação de atração com as partículas de bentonita devido à forças eletrostáticas envolvidas, os estudos, mostraram através da realização do potencial zeta, que a superfície é positiva apenas para partículas de óxido de magnésio obtidas da calcinação a $1000^\circ C$, enquanto que é negativa para as partículas de óxido de magnésio obtidas da calcinação a $600^\circ C$, $800^\circ C$, $1200^\circ C$ e $1400^\circ C$.

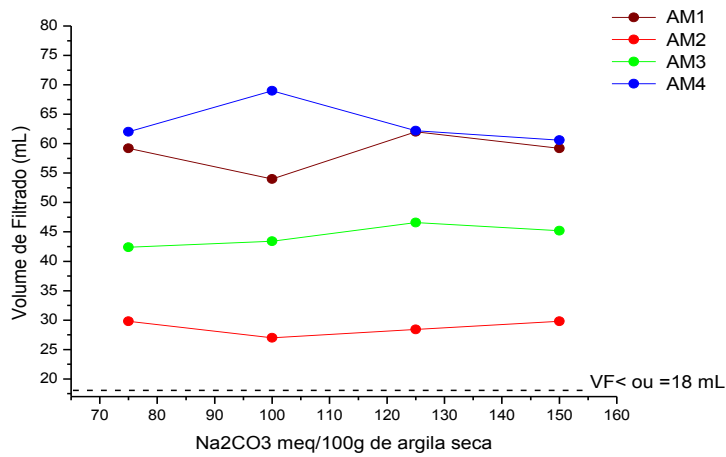
A Figura 4.25 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$.



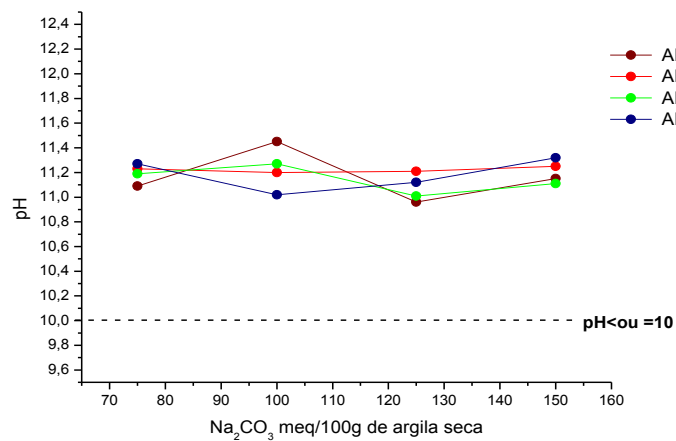
(a)



(b)



(c)



(d)

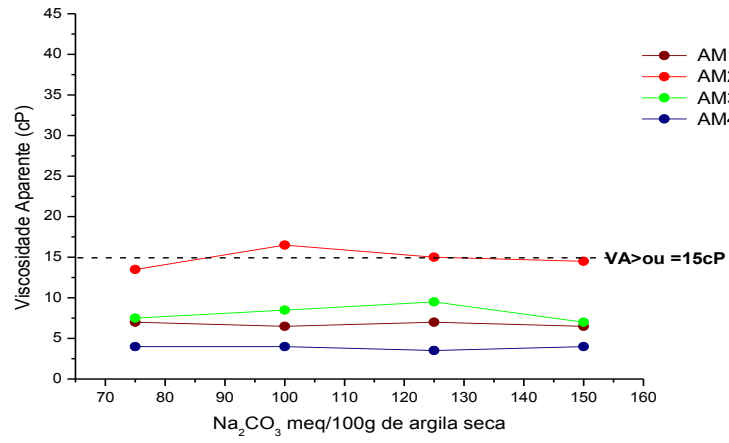
Figura 4.25: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica ; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela figura 4.25 pode-se observar que as amostras apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 4,0 a 20,5 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 2,0 até 4,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 27,0 até 69,0 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

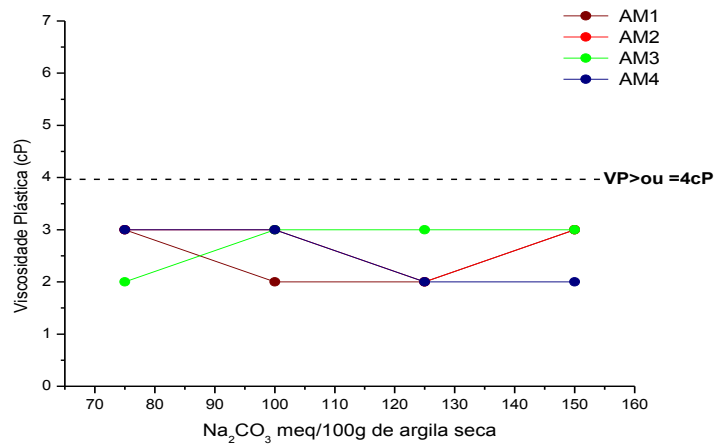
Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras de AM2 apresentaram valores de VA superiores ao valor mínimo especificado. Para os valores de VP, verificou-se que a amostra AM1 na concentração 125 meq/100g e a amostra de AM4 na concentração de 125 meq/100g de Na_2CO_3 alcançou o valor especificado. Para os valores do filtrado e pH, todas as amostras apresentaram um valor superior ao valor máximo estabelecido pela especificação.

Observou-se que as propriedades reológicas não apresentaram nenhuma melhora significativa com o aumento da concentração de óxido de magnésio, no entanto, as dispersões preparadas com 2% de óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$ (Figura 4.25), apresentaram melhores resultados de viscosidade plástica, principalmente para as amostras AM1 e AM4, quando comparadas com os resultados observados pelas dispersões preparadas com 1% de óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$ (Figura 4.24). O aumento da viscosidade plástica das amostras pode estar associado à presença de maior quantidade de partículas maiores (caulinita) bem como a maior anisometria das partículas, o que possivelmente aumenta o atrito entre elas e conseqüentemente a viscosidade plástica da dispersão (MENEZES et al., 2009).

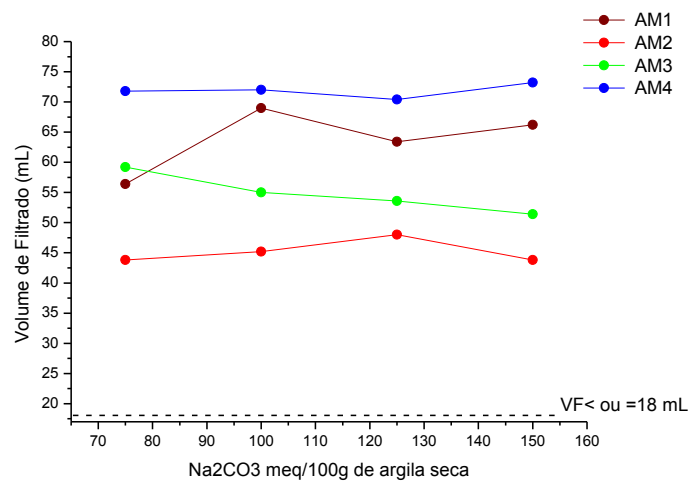
A Figura 4.26 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado (VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$.



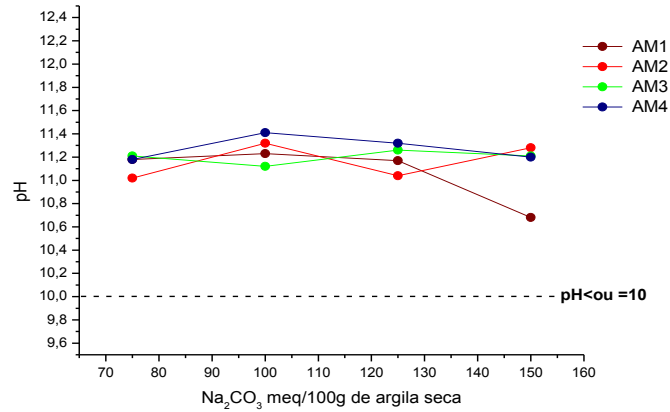
(a)



(b)



(c)



(d)

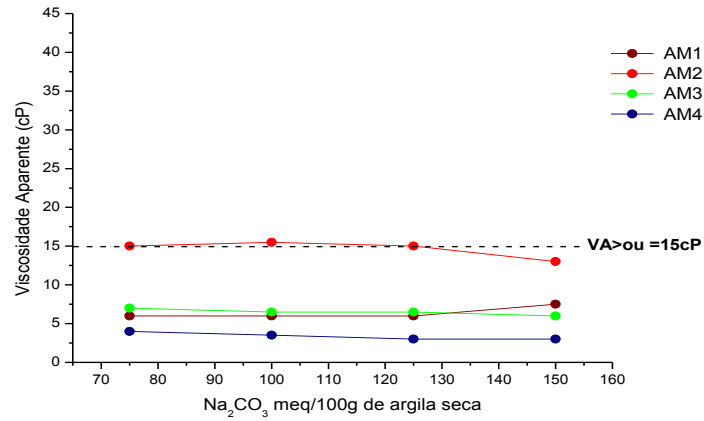
Figura 4.26: Propriedades reológicas bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela Figura 4.26 pode-se observar que as amostras apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 3,5 a 16,5cp e viscosidade plástica (VP) variando de 2,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 43,8 até 73,2 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

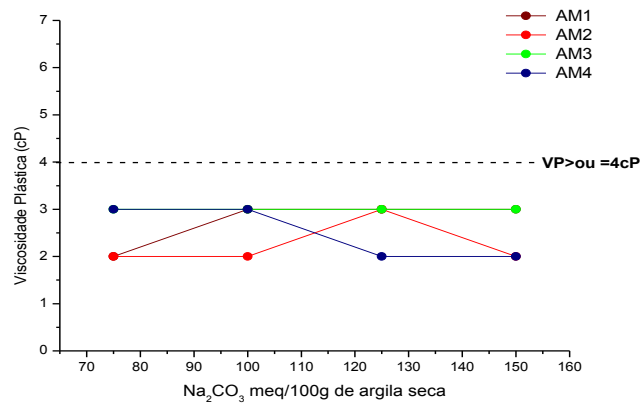
Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras de AM2 para as concentrações de 100 e 125meq/100g de Na_2CO_3 , apresentaram valores de VA superiores ao valor mínimo especificado pela normalização, e para todas as amostras, os valores de VP, do filtrado e pH, não se adequaram com as especificações.

Observou-se que com o aumento da concentração de óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$ (Figura 4.26), as dispersões preparadas não apresentaram nenhuma melhoria nas suas propriedades reológicas, comprovando uma menor interação das partículas de óxido de magnésio com partículas bentonitas.

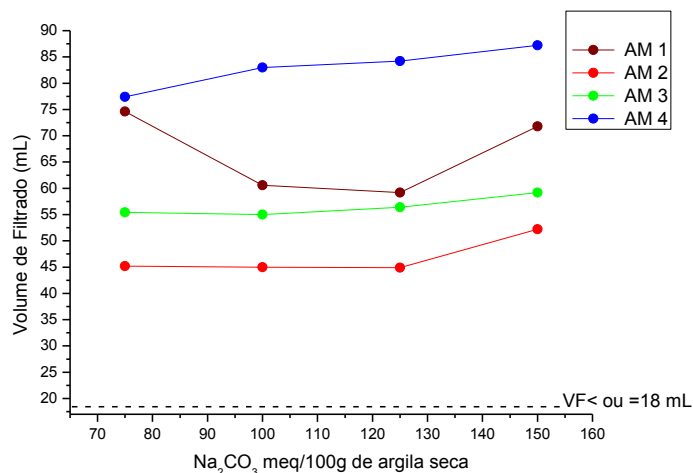
A Figura 4.27 apresenta os resultados de viscosidade aparente (VA) viscosidade plástica (VP), volume de filtrado(VF) e pH obtidos com a caracterização reológica das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$.



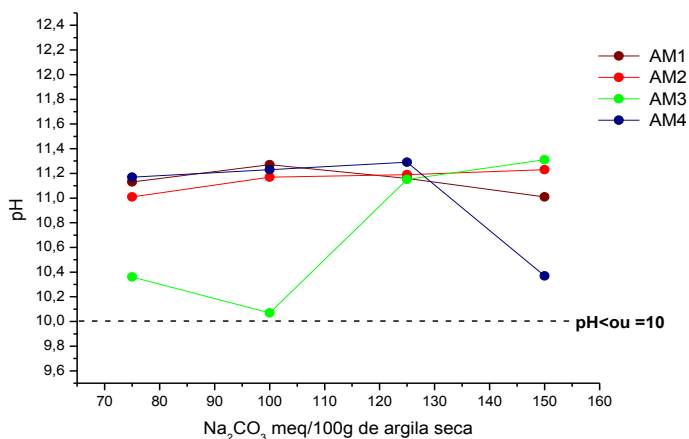
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.27: Propriedades reológicas das bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$: (a) Viscosidade Aparente; (b) Viscosidade Plástica; (c) Volume de Filtrado e (d) pH

Pela figura 4.27 pode-se observar que as amostras apresentaram viscosidade aparente (VA) variando de 3,0 a 15,5 cP e viscosidade plástica (VP) variando de 2,0 até 3,0cP e volume de filtrado (VF) variando de 44,9 até 87,2 mL. Com relação ao pH as amostras obtiveram valores próximos a 11.

Fazendo um comparativo desses resultados com as especificações da norma da Petrobrás (2011), observou-se que somente as amostras de AM2 para as concentrações de 75, 100 e 125 meq/100g de Na_2CO_3 , apresentaram

valores de VA superiores ao valor mínimo especificado pela normalização, e para todas as amostras, os valores de VP, do filtrado e pH, não se adequaram com as especificações.

De uma forma global, observou-se que as melhores propriedades reológicas foram obtidas através das suspensões preparadas com carbonato de sódio combinado MgOH calcinado a 1000°C, pois a carga superficial do óxido de magnésio obtido a alta calcinação promoveu uma maior interação entre as partículas das argilas, permitindo assim uma maior capacidade de gelificação. E assim como Cinku et. al, em 2013, observou-se que as dispersões preparadas com MgO obtido através de elevado grau de calcinação, apresentaram uma maior quantidade de sólidos dissolvidos, fazendo com que o pH médio sofresse um leve aumento, de forma que as propriedades reológicas melhorassem.

Em uma análise geral de todos os resultados das propriedades reológica apresentadas, observou-se que as argilas em estudo exibiram resultados promissores para aplicação tecnológica, principalmente em fluidos de perfuração de poços, no entanto, é importante ressaltar que estudos mais minuciosos devem ser feitos para viabilizar seu uso tecnológico.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

Após o estudo de caracterização e propriedades reológicas das argilas dos novos depósitos do Município de Sossego pode-se concluir que:

- Os ensaios de caracterização física e mineralógica evidenciaram que as amostras de argilas estudadas podem ser denominadas de bentonitas;
- A caracterização reológica mostrou que a amostras AM2 ativadas com carbonato de sódio atendem parcialmente as especificações das normas da Petrobras (2011) para uso em fluidos de perfuração base água;
- As dispersões preparadas com as amostras ativadas com hexametáfosfato de sódio não apresentaram nenhuma melhora em suas características reológicas, comprovando assim o seu efeito dispersante;
- A combinação de Na_2CO_3 e de MgO obtido da calcinação de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a 1000°C produziu um melhoramento significativo nas propriedades dos fluidos produzidos, aprimorando sua aplicabilidade na perfuração de poços;
- As dispersões preparadas com as amostras ativadas com a combinação de Na_2CO_3 e de 2% MgO obtido da calcinação de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a 1000°C , foram as que apresentaram melhor comportamento reológico;
- As argilas apresentaram certo grau de contaminação por minerais acessórios, comprometendo suas aplicações tecnológicas, logo é necessário estudos específicos e minuciosos para que seja atingida as especificações exigidas.

CAPÍTULO6: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Abaixo se encontram relacionadas algumas perspectivas de estudos futuros, que se dispõem como extensão deste trabalho de dissertação:

- Aprimoramento da ativavação da bentonita utilizando (Na_2CO_3) combinado com o aditivo (MgO).
- Estudo de diferentes aditivos, como por exemplo o carboximetilcelulose (CMC) visando a otimização das propriedades reológicas dos fluidos preparados.
- Caracterizar o Potencial Zeta das formulações estudadas.

CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS

ABDOU, M. I.; AL-SABAGH, A.M. ; DARDIR, M.M. **Evaluation of Egyptian bentonite and nano-bentoniteas drilling mud.** Egyptian Journal of Petroleum. v. 22, p 53-59, 2013.

ABDOU, M. I. e EL-SAYED AHMED, H. **Effect of particle size of bentonite on rheological behavior of the drilling mud.** Petroleum Science and Technology, v. 29, p. 2220-2233, 2011.

ABEND S. e LAGALY G., 2000. **Sol-gel transitions of sodium montmorillonite dispersions,** Appl. Clay Sci. v.16, p. 201-227,2000.

ABU-JDAYIL, B. **Rheology of sodium and calcium bentonite–water dispersions: Effect of electrolytes and aging time.** Journal of Mineral Processing, v. 98,p. 208-213, 2011.

AMORIM, L.V.; BARBOSA, M.I.R.; FERREIRA, H.C.; **Desenvolvimento de compostos bentonita/polímeros para aplicação em fluidos de perfuração – Parte 2.** Matéria, v. 13, n. 1, p. 209 – 219, 2008.

AMORIM, L.V.; GOMES, C.M.; SILVA, F.L.H.; LIRA, H.L.;FERREIRA, H.C. **Estudo reológico de fluidos de perfuração à base de água: influencia do teor de sólidos, velocidade e tempo de agitação.** Águas subterrâneas. V.19, n.1.p.75-85, 2005-a.

AMORIM, L. V., **Melhoria, Proteção e Recuperação da Reologia de Fluidos Hidroargilosos para Uso na Perfuração de Poços de Petróleo,** Tese de Doutorado em Engenharia de Processos, Universidade Federal de Campina Grande, PB, 2003.

AMORIM, L. V.; NASCIMENTO, R. C. A. M.; LIRA, D. S.; MAGALHÃES, J. **Evaluation of the behavior of biodegradable lubricants in the differential sticking coefficient of water based drilling fluids.** Brazilian Journal of Petroleaum and Gas. v. 5, n.4, p. 197-207, 2011.

AMORIM, L. V.; FARIAS, K. V.; VIANA, J. D.; BARBOSA, M. I. R.; PEREIRA, E.; FRANÇA, K. B.; LIRA, H. L.; FERREIRA, H. C. **Fluidos de perfuração à base de água. Parte I: Efeitos de adições poliméricas nas propriedades reológicas.** Revista Cerâmica, v.51, p.128-138, 2005.

BALTAR, C. A. M.; SAMPAIO, J. A.; OLIVEIRA, G. A. R. **Estudo das condições para a modificação superficial de uma bentonita.** II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste, Campina Grande, PB, 2010.

BARBOSA, M. I. R.; AMORIM, L. V.; BARBOZA, K. R. de A.; PEREIRA, E.; FERREIRA, H. C. **Bentonitas aditivadas com polímeros para uso em fluidos de perfuração à base de água.** XIV Congresso Brasileiro de Águas Subterrâneas, 2011.

BATISTA, A. P.; MENEZES, R. R.; MARQUES, L. N.; CAMPOS, L. A.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. **Caracterização de argilas bentoníticas de Cubati-PB.** Revista Eletrônica de Materiais e Processos. v.4.3, p. 64-71, 2009.

BERTAGNOLLI, C.; SILVA, M. G. C. **Characterization of Brazilian Bentonite Organoclays as Sorbents of Petroleum-derived Fuels.** Materials Research. 15(2), p. 253-259, 2012.

BORGES, F. A. T. **Biodegradação de fluidos base e de cascalhos oriundos da perfuração de poços de petróleo e gás.** 2006. 154f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória.

CAMPOS, L. F. A. **Composições de argilas bentoníticas para utilização em fluidos de perfuração de poços de petróleo.** Tese apresentada no Curso de Engenharia de Processos. Universidade Federal de Campina Grande, 2007.

CARDOSO, M. A. F. **Purificação de Argilas Bentoníticas de Novos Depósitos do Município de Pedra Lavrada – Pb, para Uso em Fluidos de Perfuração,** Dissertação de Mestrado apresentada ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, Novembro de 2009.

CINKU K.; KARAKAS, F. BOYL, F. **Effect of calcinated magnesite on rheology of bentonite suspensions. Magnesia-bentonite interaction.** Physicochem. Probl. Miner. Process. v.50, p.453-466,2014.

COSTA, A. K.;SILVA, J.J. V.; CLEMENTE, P. A. C.; ABRAÃO, R. C. **Estudos preliminares sobre a formulação de um fluido de perfuração à base água.**VII CONNEPI, 2012.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Composition and properties of drilling and completion fluids.** Fifth Edition. Houston: Gulf Publishing Company, p. 643,1988.

EL-MAHLLAWY , M. S.; SHARARA, A. M.; HASSAN, M.M. ; ABDELHALEEM A. M. **The composition and activation aspects of El-Fayoum clays for using as a drilling fluid.** Egyptian Journal of Petroleum. v.22. p.395-404,2013.

ERDOGAN B., DEMIRCI Ş. **Activation of some Turkish bentonites to improve their drilling fluid Properties,** Appl. Clay Sci. v.10. p.401-410.1996.

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

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

FERREIRA , H. S. ; NEVES, G.A; FERREIRA, H. C. **Uso de Bentonitas Organofílicas em Fluidos de Perfuração Base Óleo.** II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste,Campina Grande,PB, 2010.

FERREIRA, H. S., **Obtenção de argilas organofílicas purificadas para uso em fluidos de perfuração base óleo,** Dissertação de Mestrado Apresenta ao

Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, 1-78, 2005.

FERREIRA, H. S. **Otimização do Processo de Organofilização de Bentonitas Visando seu Uso em Fluidos de Perfuração não Aquosos**, Tese de Doutorado apresentada ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, Novembro de 2009.

GARECHE, M.; ZERAIBI, N.; ALLAL, A.; AMOURA, M. ***The Influence of Low Molecular Weight Polymer on the Rheological Behavior of Bentonite Suspensions.*** Petroleum Science and Technology, v. 19, p. 1981-1989, 2012.

GOMES,C.M.,AMORIM,L.V.,FERREIRA,H.C.**Influência da velocidade de agitação na reologia de dispersões de argilas bentoníticas.**Jornadas SAM-CONAMET-AAS 2001,Setembro,2001.

GÜNGÖR, N. **Effect of the adsorption of surfactants on the rheology of Na-bentonite slurries.** Journal of Applied Polymer Science. v. 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.** 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, PR, BRASIL, 2006.

ISÇI, E. e TURUTOGLU, S. I. **Stabilization of the mixture of bentonite and sepiolite as a water based drilling fluid.** Journal of Petroleum Science and Engineering .v. 76, p. 1-5, 2011.

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

KELESSIDIS V.C.; TSAMANTAKI,C.; DALAMARINIS, P. **Effect of pH and electrolyte on the rheology of aqueous Wyoming bentonite dispersions.** Applied Clay Science. v. 38, p. 86–96, 2007.

KOK, M. V. e IŞCAN, A. G. **Estimation of Filter Cake Thickness for Water-based Drilling Fluids.** Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects, v. 32, p.400-406, 2010.

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

LAGALY, G.; ZIESMER, S. **Colloid chemistry of clay minerals: The coagulation of montmorillonite dispersions.** Advances in Colloid and Interface Science, v. 100-102, p. 105-128, 2003.

LUMMUS, J.L. E AZAR, J.J., **Drilling Fluids Optimization a Practical Field Approach**, Penn-Well Publishing Company, Tulsa, Oklahoma, 1986.

MAHTO, V. e SHARMA, V. P. **Characterization of Indian Bentonite Clay Samples for Water-based Drilling Fluids**, Petroleum Science and Technology. v. 26, p.1859-1868, 2008.

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

MEDEIROS, R. C. A.; AMORIM, L. V.;SANTANA, L. N. L. **Avaliação de aditivos lubrificantes em fluidos aquosos para perfuração de poços de petróleo.** Revista Eletrônica de Materiais e Processos. v.3, n. 3, p. 56-64, 2008.

MELO, K. de C. **Avaliação e Modelagem Reológica de Fluidos de Perfuração Base Água.**Dissertação de mestrado apresentado no Programa Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Rio Grande do Norte, Natal. 2008.

MENEZES, R. R., MELO, L. R. L., FONSECA, F. A. S., FERREIRA, H. S., MARTINS, A. B., NEVES, G. A., **Caracterização de argilas bentoníticas do**

Município de Sussego, Paraíba, Brasil, Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.3.2, p. 36-43, 2008.

MENEZES, R.R.; MARQUES,L.N.; CAMPOS, L.A.; FERREIRA, H.S.; SANTANA,L.N.L.; NEVES, G.A. **Use of statistical design to study the influence of CMC on the rheological properties of bentonite dispersions for water-based drilling fluids**. Applied Clay Science. V. 49, p. 13–20, 2010.

MENEZES R. R., SOUTO, P. M., SANTANA, L. N. L., NEVES, G. A. R., KIMINAMI, H. G. A. FERREIRA, H. C. **Argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: Caracterização física-mineralógica**. Revista Cerâmica , v. 55, p. 163-169, 2009.

MENG, X. ; ZHANG, Y. ; ZHOU, F.; CHU, PAUL K. **Effects of carbon ash on rheological properties of water-based drilling fluids**. Journal of Petroleum Science and Engineering. n.100, p. 1–8, 2012.

MURRAY, H. H. **Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview**. Applied Clay Science. v. 17, p. 207-221, 2000.

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, n. 56, p.179-178,2010.

NASCIMENTO, R. C. A. M.; COSTA, A. C. A.; AMORIM ,L. V., **Desempenho de fluidos argilosos envelhecidos termicamente**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.7.3, p. 205–214, 2012.

NASCIMENTO, R. C. A. M.; VIEIRA, T. M.; AMORIM, L.V.; LIRA, H.L. **Avaliação da eficiência de inibidores de argilas expansivas para uso em fluidos de perfuração**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.4, n. 2, p. 12-19, 2009.

- ODOM, I. E., **Smectite clay minerals: properties and uses**. Philosophical Transactions of the Royal Society A. v. 311, p.391-400, 1984.
- OLIVEIRA, B. B.; DUARTE, I. R. **Estudo de métodos de dispersão da bentonita para a adsorção de azul de** Revista do Instituto Superior Tupy, ano 12, n. 13, Joinville, 2012.
- PEREIRA, K. R. O. **Estudo, em escala de laboratório, do uso de argilas do tipo bofe na obtenção de argilas organofílicas e ativadas**. Tese de doutorado apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2008.
- PETROBRÁS, **Viscosificante para fluidos usados na exploração e produção de poços de petróleo e gás**, EP-1EP-00011-A , 2011.
- PETROBRÁS, **Viscosificante para fluido de perfuração Base Água na Exploração e Produção de Petróleo**, Especificação, N-2604, 1998.
- PORTO, J. P. P.; ARANHA, I. B. **Caracterização Cristalquímica Preliminar de Bentonitas Brasileiras**. Anais da JIC, 2010.
- QU, Y. ;LAI, X.; ZOU A, L.; SU, Y. **Polyoxyalkyleneamine as shale inhibitor in water-based drilling fluids**. Applied Clay Science. v. 44, p. 265–268, 2009.
- SANTOS, M. B. **Perfuração de poços de petróleo: fluidos de perfuração**. Bolsista de Valor: Revista de divulgação do Projeto Universidade Petrobras e IF Fluminense. v. 2, n. 1, p. 121-127, 2012.
- SILVA, I.A.; COSTA, J.M.R.; MENEZES, R.R.; FERREIRA, H.S.; NEVES, G.A.; FERREIRA, H.C. **Estudos de novas ocorrências de argilas bentoníticas do Estado da Paraíba para uso em fluidos de perfuração base água**. REM: R. Esc. Minas, v.66, n.4, p. 485-491, 2013.
- SILVA, I. A.; COSTA, J. M. R.; FERREIRA, H. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. **Organofilização de argilas bentoníticas com tensoativos não- iônicos visando seu uso em fluidos de perfuração base óleo**. Cerâmica, v. 58, p.317-327,2012.

SILVA, 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.

SOUSA, F. K. A.; RAMOS, A. P. ; CAMPOS, L. F. A.; MENEZES, R. R.; FERREIRA, H. S.; NEVES, G. A. **Composição de argilas organofílicas obtida com tensoativo não-iônico para fluidos de perfuração base orgânica.** Revista Cerâmica n.57,p.199-205, 2011.

SOUZA SANTOS, P., **Tecnologia de Argilas**, Ed. Edgard Blücher, Vols1,2 e 3, Editora Edgard Blucher, São Paulo, 1992.

TEIXEIRA-NETO, E.; TEIXEIRA-NETO, A. A. **Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado.** Quim. Nova, Vol. 32, No. 3, 809-817, 2009.

THOMAS, J. E. **Fundamentos de engenharia de petróleo**, Ed. Interciência, Rio de Janeiro, RJ, 2001.

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 ISSN 1807-1600.v. 1, 2012.

ANEXO

Tabela 4.5: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das amostras ativadas com carbonato de sódio.

AMOSTRAS	Na ₂ CO ₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	6,3	3,0	10,63	48,0
	100	8,0	3,0	10,71	28,0
	125	16,5	1,5	10,68	31,0
	150	10,5	2,0	10,75	30,0
AM2	75	21,0	2,0	10,69	24,4
	100	26,5	3,0	10,68	25,8
	125	26,0	3,0	10,82	24,9
	150	32,5	2,0	10,78	29,0
AM3	75	4,0	2,0	10,72	32,0
	100	6,0	2,0	10,83	27,0
	125	5,5	3,0	10,92	29,0
	150	6,0	2,0	10,97	32,0
AM4	75	10,0	4,0	10,42	29,0
	100	11,5	3,0	10,71	26,4
	125	14,0	3,0	10,91	22,0
	150	11,0	3,0	10,78	20,0

Tabela 4.6: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH das bentonitas ativadas com hexametáfosfato de sódio.

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	1,5	1,0	6,53	25,3
	100	1,0	2,0	6,57	22,8
	125	2,0	1,0	6,63	24,9
	150	1,0	1,0	6,59	23,8
AM2	75	3,0	2,0	6,61	20,7
	100	3,5	3,0	6,49	20,0
	125	2,5	2,0	6,52	18,1
	150	3,0	2,0	6,43	18,3
AM3	75	2,0	1,0	6,65	29,0
	100	1,5	1,0	6,69	26,4
	125	2,0	1,5	6,56	22,0
	150	1,5	1,0	6,61	20,0
AM4	75	1,5	1,0	6,81	25,6
	100	1,5	1,0	6,74	20,7
	125	1,0	1,0	6,74	24,2
	150	2,0	2,0	6,72	21,4

Tabela 4.7: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	14,5	2,0	11,00	38,2
	100	11,0	1,0	11,30	49,4
	125	9,5	1,0	11,40	56,4
	150	8,5	2,0	11,00	48,0
AM2	75	34,0	2,0	11,04	28,7
	100	36,5	1,0	11,07	28,7
	125	32,5	1,0	11,02	28,7
	150	35,5	2,0	11,07	27,2
AM3	75	16,5	1,0	11,10	34,0
	100	17,0	3,0	11,12	34,5
	125	16,0	2,0	11,20	27,2
	150	15,5	3,0	11,24	27,2
AM4	75	6,0	2,0	11,00	54,3
	100	6,0	3,0	11,05	57,8
	125	5,0	2,0	11,03	59,9
	150	5,5	3,0	11,04	59,2

Tabela 4.8: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% de MgO obtido da calcinação de MgOH a 1000°C

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	11,0	3,0	11,1	56,4
	100	7,5	2,0	11,3	57,8
	125	10,5	2,0	11,3	52,2
	150	7,5	3,0	11,4	64,8
AM2	75	30,5	3,0	11,40	28,7
	100	44,5	1,0	11,04	28,7
	125	36,5	2,0	11,09	30,1
	150	32,5	1,0	11,07	30,1
AM3	75	36,5	3,0	11,03	33,3
	100	32,0	4,0	11,05	32,6
	125	32,5	1,0	11,11	31,9
	150	32,5	2,0	11,07	34,0
AM4	75	6,0	3,0	11,06	56,4
	100	5,0	3,0	11,09	64,8
	125	5,0	3,0	11,08	64,8
	150	5,0	2,0	11,18	63,4

Tabela 4.9: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de MgOH a 1000°C

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	14,0	2,0	11,12	41,0
	100	8,0	3,0	11,25	52,2
	125	9,5	2,0	11,03	57,8
	150	11,0	2,0	11,54	43,8
AM2	75	35,5	1,0	11,95	31,2
	100	36,0	1,0	11,89	32,6
	125	26,5	2,0	11,73	35,4
	150	29,0	1,0	11,68	35,4
AM3	75	16,5	2,0	11,82	33,0
	100	15,0	2,0	11,93	32,0
	125	16,0	3,0	11,95	43,8
	150	15,5	3,0	11,05	42,4
AM4	75	6,0	3,0	11,69	67,6
	100	5,0	3,0	11,53	69,0
	125	5,0	2,0	11,18	76,0
	150	4,5	2,0	11,01	54,0

Tabela 4.10: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 4% óxido de magnésio obtido da calcinação do MgOH a 1000°C

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	15,0	2,0	11,25	41,0
	100	8,0	2,0	11,63	52,2
	125	9,5	3,0	11,12	57,8
	150	11,0	2,0	11,95	43,6
AM2	75	35,5	1,0	11,30	32,6
	100	36,0	2,0	11,42	34,0
	125	34,0	3,0	11,28	32,6
	150	34,5	2,0	11,20	35,4
AM3	75	18,0	2,0	11,14	42,4
	100	17,0	2,0	11,21	42,4
	125	16,0	2,0	11,63	45,2
	150	14,5	2,0	11,22	45,2
AM4	75	6,5	2,0	11,08	66,2
	100	5,0	3,0	11,02	69,0
	125	5,5	2,0	11,84	70,4
	150	5,0	2,0	11,86	67,6

Tabela 4.11: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 1% de MgO obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	7,0	3,0	10,81	52,2
	100	9,0	3,0	10,90	48,0
	125	8,0	3,0	10,93	42,4
	150	7,5	3,0	10,94	48,0
AM2	75	20,5	2,0	11,09	28,4
	100	23,0	2,0	11,11	27,0
	125	20,5	1,0	10,09	27,0
	150	20,0	1,0	11,16	34,0
AM3	75	11,0	3,0	11,11	34,0
	100	11,0	2,0	11,10	27,0
	125	7,5	2,0	11,23	43,8
	150	7,0	2,0	11,21	45,2
AM4	75	4,5	3,0	11,25	56,4
	100	4,5	3,0	11,16	53,6
	125	4,5	3,0	11,18	55,0
	150	4,0	3,0	11,18	53,2

Tabela 4.12: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 2% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^\circ C$.

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	7,5	3,0	11,09	59,2
	100	7,5	3,0	11,45	54,0
	125	6,0	4,0	10,96	62,0
	150	7,5	3,0	11,15	59,2
AM2	75	18,0	2,0	11,23	29,8
	100	20,05	3,0	11,20	27,0
	125	17,0	3,0	11,21	28,4
	150	19,0	2,0	11,25	29,8
AM3	75	6,0	3,0	11,19	42,4
	100	7,5	3,0	11,27	43,4
	125	7,5	3,0	11,01	46,6
	150	8,5	3,0	11,11	45,2
AM4	75	4,5	3,0	11,27	62,0
	100	4,0	3,0	11,02	69,0
	125	4,0	4,0	11,12	62,2
	150	4,0	3,0	11,32	60,6

Tabela 4.13: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas ativadas com carbonato de sódio e 3% óxido de magnésio obtido da calcinação de $Mg(OH)_2$ a $800^{\circ}C$

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	7,0	3,0	11,18	56,4
	100	6,5	2,0	11,23	69,0
	125	7,0	2,0	11,17	63,4
	150	6,5	3,0	10,68	66,2
AM2	75	13,5	3,0	11,02	43,8
	100	16,5	3,0	11,32	45,2
	125	15,0	2,0	11,04	48,0
	150	14,5	3,0	11,28	43,8
AM3	75	7,5	2,0	11,21	59,2
	100	8,5	3,0	11,12	55,0
	125	9,5	3,0	11,26	53,6
	150	7,0	3,0	11,21	51,4
AM4	75	4,0	3,0	11,18	71,8
	100	4,0	3,0	11,41	72,0
	125	3,5	2,0	11,32	70,4
	150	4,0	2,0	11,20	73,2

Tabela 4.14: Resultados de viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), volume de filtrado e pH de suspensões argila-água preparadas com bentonitas adicionadas a 4% de MgOH calcinado a 800°C e Na₂CO₃

AMOSTRAS	Na₂CO₃ meq/100g	VA (cP)	VP (cP)	pH	Filtrado (mL)
AM1	75	6,0	2,0	11,13	74,6
	100	6,0	3,0	11,27	60,6
	125	6,0	3,0	11,16	59,2
	150	7,5	3,0	11,01	71,8
AM2	75	15,0	2,0	11,01	45,2
	100	15,5	2,0	11,17	45,0
	125	15,0	3,0	11,19	44,9
	150	13,0	2,0	11,23	52,2
AM3	75	7,0	3,0	10,36	55,42
	100	6,5	3,0	10,07	55,0
	125	6,5	3,0	11,15	56,4
	150	6,0	3,0	11,31	59,2
AM4	75	4,0	3,0	11,17	77,4
	100	3,5	3,0	11,23	83,0
	125	3,0	2,0	11,29	84,2
	150	3,0	2,0	10,37	87,2