## UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS FACULDADE DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

# CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS DE VÁRZEA DA REGIÃO METROPOLITANA DE MANAUS, PARA EMPREGO COMO FLUIDO ESTABILIZANTE EM PERFURAÇÕES DE POÇOS TUBULARES.

IGOR BEZERRA DE LIMA

MANAUS 2015

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS FACULDADE DE TECNOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

IGOR BEZERRA DE LIMA

# CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS DE VÁRZEA DA REGIÃO METROPOLITANA DE MANAUS, PARA EMPREGO COMO FLUIDO ESTABILIZANTE EM PERFURAÇÃO DE POÇOS TUBULARES.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como parte do requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais e Componentes de Construção.

Orientador: Professor Dr. Nilton de Souza Campelo Coorientadora: Professora Dra. Adalena Kennedy Vieira

> MANAUS 2015

Ficha Catalográfica Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

L732c	Lima, Igor Bezerra de Caracterização das Argilas de Várzea da Região Metropolitana de Manaus, para Emprego como Fluido Estabilizante em Perfurações de Poços Tubulares. / Igor Bezerra de Lima. 2015 93 f.: il. Color, 31 cm.
	Orientador: Nilton de Souza Campelo Coorientadora: Adalena Kennedy Vieira Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Amazonas.
	1. Fluido de Perfuração. 2. Bentonita. 3. Argila de Várzea. 4. Perfuração de Poços. I. Campelo, Nilton de Souza II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

#### IGOR BEZERRA DE LIMA

## CARACTERIZAÇÃO DAS ARGILAS DE VÁRZEA DA REGIÃO METROPOLITANA DE MANAUS, PARA EMPREGO COMO FLUIDO ESTABILIZANTE EM PERFURAÇÕES DE POÇOS TUBULARES

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Amazonas, como parte do requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil, área de concentração Materiais e Componentes de Construção.

Aprovada em 28 de agosto 2015.

### BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. NILTON DE SOUZA CAMPELO, Presidente. Universidade Federal do Amazonas

Profa. Dra. ADALENA KENNEDY VIEIRA, Membro. Universidade Federal do Amazonas

Dachami Kietze

Prof. Dr. DACHAMIR HOTZA, Membro Externo. Universidade Federal de Santa Catarina

#### RESUMO

Este projeto surgiu pela necessidade de redução de custos de uma das atividades mais onerosas da produção de petróleo e gás: a própria perfuração do poço. Um fator que influencia diretamente o custo da perfuração é a utilização do fluido de perfuração, por desenvolver inúmeras funções, e o principal constituinte dos fluidos a base de água é a bentonita. Este trabalho foi baseado na caracterização de uma nova argila de várzea encontrada nas planícies de sedimentação da região metropolitana de Manaus, no estado do Amazonas, para o uso como fluido estabilizante de perfurações de poços tubulares. A caracterização foi realizada através dos ensaios de Granulometria, Massa específica, Difração de Raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-X, Análise térmica (TG/DTG), Capacidade de troca de cátions (CTC), Área Específica, Espectroscopia de Infrevermelho (FTIR) e Reologia. Os resultados mostraram que as cinco amostras naturais são compostas basicamente de caulinita, ilita e quartzo, entretanto, uma amostra mosqueada da região de várzea do rio Ariaú apresentou montmorilonita em sua composição, e obteve resultados promissores quando comparados com argilas brutas utilizadas na indústria de beneficiamento, indicando seu possível uso em novos estudos, para fins acadêmicos e industriais.

Palavras Chaves: Fluido de Perfuração, Bentonita, Argila de Várzea, Perfuração de Poços.

#### ABSTRACT

This project appeared by the necessity of cut prices in the production of petroleum and gas, to do that we choose one of the most expensive phases, the well drilling. The drilling fluid is directly involved in the price of drilling and it act in many functions, the main component of a water based fluid is the bentonite. This work is about a characterization of new lowland clay found at sedimentation plain of metropolitan region of Manaus, in the state of Amazonas, to use with well drilling fluids. The samples was characterized by Particle Size, Density, X-Ray Diffraction (XRD), X-Ray Fluorescence, Thermal Analysis (TG/DTA), Cation Exchange Capacity (CEC), Specific Area, Infrared Spectroscopy (FTIR) and Rheology. The main constituent of the five samples is kaolinite, illite and quartz, however, a mottled sample of the lowland region of Ariaú River showed montmorillonite in its composition, and the results were promising when compared with raw clay commonly used on processing industries, pointing to new academic or industrial studies.

Key Words: Drilling Fluids, Bentonite, Floodplain Clay, Well Drilling.

Dedico este trabalho à minha família.

### AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Ensino Superior (CAPES), pelo apoio logístico e financeiro.

Ao programa de Pós Graduação em Engenharia Civil da FT-UFAM, pelo acolhimento e apoio.

Ao professor Dr. Nilton Campelo pela oportunidade, orientação, ideias e apoio na realização deste trabalho.

À Professora Dra. Adalena Kennedy pela co-orientação, extensivas discussões e sugestões.

À minha família, pelo apoio incondicional. Especialmente a meus pais, Manoel e Glicia, minha irmã Milena e minha noiva Talyta.

Ao professor Dr. Romildo Toledo Filho, pelo período passado na COPPE-UFRJ para a realização de diversos ensaios.

Aos professores Dr. João Almeida, Dr. Raimundo Kennedy, Dr. Raimundo Vasconcelos e Dra. Virginia Giacon pela cordialidade e incentivo.

A todos os integrantes do LABEST e do NUMATS da UFRJ, pelo agradável convívio. Em especial aos doutorandos Samantha Pinheiro e Otávio Paiva, por todo o suporte, disposição e amizade.

Aos técnicos Zeca e Reinaldo, do laboratório de pavimentação da UFAM, por toda ajuda concedida na caracterização das amostras.

Ao meu amigo Carlos Magno pela ajuda com as imagens.

A todas as pessoas de alguma forma contribuíram para a elaboração deste trabalho.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Esquema geral dos fluidos de perfuração (Ênfase: Baixo teor de
sólidos)23
Figura 2: Região de Confluência dos rios Negro e Solimões (Coordenadas
UTM, Zona 20M)30
Figura 3: Modelo digital de elevação da região de confluência dos rios
Negro e Solimões, destacando as áreas de terra firme e
inundáveis (escala de cores)31
Figura 4: Estrutura de duas lamelas de montmorilonita
Figura 5: Interação entre partícula de argila e molécula de água
Figura 6: Tipos de interação em solução aquosa de partículas defloculadas
de montmorilonita. a) Face a Face, b) Aresta a Aresta e c) Face a
Aresta
Figura 7: Representação da hidratação da montmorilonita cálcica e da
montmorilonita sódica37
Figura 8: Estrutura "House of Cards"
Figura 9: Amostras de argila: 1. Vermelha - rio Negro, 2. Mosqueada - rio
Negro e 3. Cinza – rio Amazonas41
Negro e 3. Cinza – rio Amazonas.       41         Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – rio Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – rio Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – río Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – río Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – río Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú.</li> <li>Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo.</li> <li>b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.</li> <li>42</li> <li>Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para</li> </ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – río Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú.</li> <li>Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo.</li> <li>b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.</li> <li>42</li> <li>Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para defloculação.</li> <li>42</li> <li>Figura 13: Processo de sedimentação das amostras de argila. Da esquerda</li> </ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú.</li> <li>Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo. b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.</li> <li>Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para defloculação.</li> <li>Figura 13: Processo de sedimentação das amostras de argila. Da esquerda para a direita, cada 3 provetas representam uma amostra,</li> </ul>
<ul> <li>Negro e 3. Cinza – río Amazonas</li></ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú.</li> <li>Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo. b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.</li> <li>42</li> <li>Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para defloculação.</li> <li>42</li> <li>Figura 13: Processo de sedimentação das amostras de argila. Da esquerda para a direita, cada 3 provetas representam uma amostra, sendo: amostras 1, 2 e 3, respectivamente.</li> <li>43</li> <li>Figura 14: Espátula, almofariz de porcelana, placa de vidro esmerilhada,</li> </ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú.</li> <li>Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo. b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.</li> <li>Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para defloculação.</li> <li>Figura 13: Processo de sedimentação das amostras de argila. Da esquerda para a direita, cada 3 provetas representam uma amostra, sendo: amostras 1, 2 e 3, respectivamente.</li> <li>Figura 14: Espátula, almofariz de porcelana, placa de vidro esmerilhada, gabarito cilíndrico, aparelho de Casagrande e cinzel.</li> </ul>
<ul> <li>Figura 10: Amostras de argila: 4 Mosqueada – Rio Ariaú e 5 Vermelha – Rio Ariaú</li></ul>

Figura 16: Aparelho EDX-720 utilizado para análise química45				
Figura 17: Diagrama dos principais óxidos, mostrando a área em que as				
argilas apresentam boa expansão46				
Figura 18: Sequencia realizada para separação do argilomineral49				
Figura 19: Aparelho Bruker modelo D8 Focus, utilizado para Difração de				
Raios-X50				
Figura 20: A) Detalhe do aparelho aberto para inserir a amostra, B) detalhe				
do preenchimento do cadinho com, aproximadamente, 20 mg de				
amostra e C) aparelho SDT, modelo Q600, utilizado para análise				
térmica51				
Figura 21: Misturador Hamilton Beach54				
Figura 22: Viscosímetro Fann, modelo 35A55				
Figura 23: Filtro prensa Fann, série 30055				
Figura 24: Equipamento utilizado para análise de pH das polpas das argilas,				
pHmetro, DM-2257				
Figura 25: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra 1, argila vermelha – rio Negro				
Figura 26: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra 2, argila mosqueada – rio Negro				
Figura 27: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra 3, argila cinza – rio Amazonas				
Figura 28: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra 4, argila mosqueada - rio Ariaú				
Figura 29: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra 5, argila vermelha - rio Ariaú60				
Figura 30: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da				
Amostra BET, argila bentonita industrializada60				
Figura 31: As seis amostras estudadas inseridas no diagrama de Riley64				
Figura 32: Difratogramas da Amostra 1 seca a 60 °C, tratada com				
etilenoglicol e queimada a 550 °C65				
Figura 33: Difratogramas da Amostra 2 seca a 60 °C, tratada com				
etilenoglicol e queimada a 550 °C66				
Figura 34: Difratogramas da Amostra 3 seca a 60 °C, tratada com				
etilenoglicol e queimada a 550 °C66				

<b>Figura 35:</b> Difratogramas da Amostra 4 seca a 60 °C, tratada com
etilenoglicol e queimada a 550 °C68
Figura 36: Difratogramas da Amostra 5 seca a 60 °C, tratada com
etilenoglicol e queimada a 550 °C69
Figura 37: Difratogramas da Amostra BET seca a 60 °C, tratada com
etilenoglicol e queimada a 550 °C69
Figura 38: Análise termogravimétrica das amostras 1, 2, 3 e 570
Figura 39: Análise termodiferencial das amostras 1, 2, 3 e 571
Figura 40: Termograma da Amostra 4, argila mosqueada – rio Ariaú71
Figura 41: Termograma da Amostra BET, argila industrializada72
Figura 42: Espectros de infravermelho sobrepostos das amostras 1, 2, 3 e 5
Figura 43: Espectros de infravermelho da Amostra 4, argila mosqueada - ric
Ariaú76
Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila
Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>
<ul> <li>Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada</li></ul>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Classificação dos fluidos de perfuração de acordo com seu				
principal constituinte22				
Tabela 2: Classificação das principais esmectitas e suas fórmulas ideais34				
Tabela 3: Resumo das amostras naturais41				
<b>Tabela 4:</b> Massa específica de diferentes minerais.         44				
Tabela 5: Porcentagem de material por amostra.    58				
Tabela 6: Resultados dos limites de liquidez, plasticidade e índice de plasticidade61				
Tabela 7: Massa Específica das 5 amostras62				
<b>Tabela 8:</b> Fluorescência de Raios-X das cinco amostras em concentração por composto.         63				
Tabela 9: Valores obtidos de capacidade de troca de cátions (CTC) das amostras.         74				
Tabela 10: Valores da superfície específica (SE) das amostras74				
Tabela 11: Propriedades reológicas, viscosidades aparente e plástica, limite				
de escoamento, volume de filtrado e forças géis inicial e final das				
dispersões de argilas naturais e industrializada				
Tabela 12: Valores obtidos de pH das amostras.       79				

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
	1.1 OBJETIVOS	14
	1.1.1 Geral	14
	1.1.2 Específico	14
	1.2 JUSTIFICATIVA	14
	1.3 DELIMITAÇÃO DO ESTUDO	16
	1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
	2.1 BREVE HISTÓRICO	18
	2.2 FLUIDO DE PERFURAÇÃO	21
	2.2.1 Classificação dos Fluidos de Perfuração	22
	2.2.1.1 Fluidos à base de água	24
	2.2.1.2 Fluidos à base de óleo	26
	2.2.1.3 Fluidos à base de ar	27
	2.3 GEOLOGIA E LIMNOLOGIA DA REGIÃO DE CONFLUÊNCIA DOS R NEGRO E SOLIMÕES	IOS 28
	2.4 ARGILAS BENTONÍTICAS	32
	2.4.1 Estrutura	33
	2.4.2 Hidratação	35
	2.4.3 Tixotropia	38
3	METODOLOGIA	40
	3.1 GRANULOMETRIA	42
	3.2 LIMITES DE ATTERBERG	43
	3.3 MASSA ESPECÍFICA REAL	44
	3.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X	45

PARTÍCULAS9		
ANEXO 2 – GRÁFICO DAS CURVAS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE		
ANEXO 1 – TABELAS DE CLASSIFICAÇÃO DOS SOLOS		
BIBLIOGRAFIA	83	
6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	82	
5 CONCLUSÕES	80	
4.10 AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO	77	
4.9 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO	75	
4.8 ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA	74	
4.7 CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS	73	
4.6 ANÁLISE TÉRMICA	70	
4.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	64	
4.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X	62	
4.3 MASSA ESPECÍFICA REAL	61	
4.2 LIMITES DE ATTERBERG	61	
4.1 GRANULOMETRIA	58	
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	58	
3.10 PH	55	
3.9 AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO	52	
3.8 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO	52	
3.7 ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO	51	
3.6 ANÁLISE TÉRMICA	50	
3.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	46	

## 1 INTRODUÇÃO

A perfuração de poços vem desde épocas muito remotas, onde as perfurações eram baseadas na procura por água. Porém, com a descoberta do petróleo para fins industriais no século XIX, as perfurações de poços tomaram grandes proporções.

No início, as perfurações eram feitas a percussão, mas com a crescente demanda por produtos derivados do petróleo e com o advento tecnológico, as perfurações começaram a ser feitas através de sistemas rotativos, alcançando elevadas profundidades e, desta forma, os fluidos de perfuração utilizados se tornavam mais complexos.

Os fluidos de perfuração, também chamados de lamas de perfuração, podem ser definidos como fluidos de circulação utilizados para auxiliar a perfuração de poços, desempenhando uma série de funções.

Os fluidos podem ser classificados em quatro diferentes categorias, sendo elas: fluidos à base de ar, fluidos à base de água, fluidos à base de óleo e os fluidos sintéticos. Entre os fluidos à base de água destacam-se os constituídos por uma dispersão de água, que é a fase contínua, e argila, como fase dispersa, denominados fluidos à base de água aditivados com argila ou hidroargilosos.

Os fluidos à base de água são considerados ambientalmente seguros e são amplamente utilizados nos dois tipos de perfuração, ou seja, nas terrestres (onshore) e nas marítimas (offshore).

A argila é adicionada aos fluidos de perfuração para melhorar as suas propriedades, dentre elas podemos destacar algumas como: limpeza do poço, lubrificação e resfriamento da broca, formação de uma película de baixa permeabilidade e estabilização das paredes do poço. Atualmente, a argila comercial mais utilizada em fluidos de perfuração é a bentonita sódica (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Com relação à produção de bentonita, Luz e Lins (2008) apresentaram dados da produção brasileira de bentonita em 2005, girando em torno de 221.000 t/ano e Moraes et al. (2010) mostraram os dados de produção em torno de 300.000 t/ano, ou seja, em cinco anos houve um aumento na produção de bentonita

beneficiada de 26,33%, sendo 88% desta produção proveniente de pequenos depósitos localizados no município de Boa Vista, na Paraíba, no Brasil (MORAES et al., 2010). O Departamento Nacional de Produção Mineral informou que a produção nacional de bentonita em 2013 foi de 434.000 t/ano (DNPM, 2014).

Para efeito de comparação, os Estados Unidos, que lideram a produção mundial de bentonita, produziram em 2006 cerca de 4,6 Mt e o seu consumo aparente no mesmo ano foi de 3,39 Mt, dando lhes um consumo per capita de 11,3 kg/hab., enquanto no mesmo período o consumo per capita brasileiro estava em torno de 1,2 kg/hab (LUZ; LINS, 2008).

Amorim (2003) descreveu que argilas bentoníticas de Boa Vista são compostas por montmorilonita, ilita, caulinita e camadas misturadas de ilitamontmorilonita e quartzo, são naturalmente policatiônicas, podendo ser transformadas em bentonitas sódicas com propriedades reológicas, em acordo com especificações do American Petroleum Institute (API). Essas argilas bentoníticas produzidas e modificadas pelo estado da Paraíba podem ser usadas como bentonitas sódicas, substituindo as bentonitas naturais importadas pelo Brasil.

A descoberta de novas jazidas de bentonita brasileiras se torna mais importante a cada dia, pois as argilas de boa qualidade encontradas no município de Boa Vista na Paraíba, responsável pela maior parte da produção nacional, começam a se rarear, após 50 (cinquenta) anos de exploração (SILVA; FERREIRA, 2008).

A região metropolitana de Manaus é composta por oito municípios, de acordo com a Lei Complementar Estadual nº 52 de 30 de maio de 2007, que caracteriza a extensão da capital amazonense, onde estão as cidades de Manaus, Careiro da Várzea, Iranduba, Itacoatiara, Manacapuru, Novo Airão, Presidente Figueiredo e Rio Preto da Eva.

O município de Iranduba, localizado à margem esquerda do Rio Solimões, está entre os maiores produtores de materiais cerâmicos do Amazonas, onde se encontram diversas olarias que movimentam o mercado de cerâmicas vermelhas, as quais tem sua matéria-prima extraída em abundância da região.

Este trabalho tem o intuito de caracterizar argilas de várzea nos municípios de Manaus e Iranduba, no estado do Amazonas, estabelecendo o uso deste material na utilização em fluidos de perfuração de poços tubulares.

#### 1.1 OBJETIVOS

#### 1.1.1 Geral

Caracterização e avaliação das argilas de várzea encontradas nas planícies de sedimentação da região metropolitana de Manaus no Estado do Amazonas, para o uso como fluido estabilizante de perfurações em geral, e, notadamente, em abertura de poços tubulares.

#### 1.1.2 Específico

Caracterizar as argilas de várzea, encontradas e selecionadas, na região metropolitana de Manaus no Estado do Amazonas.

Analisar o desempenho das argilas escolhidas na composição de fluidos de perfuração, de acordo com suas normas específicas.

Comparar os resultados das argilas analisadas com o desempenho das argilas comerciais atualmente utilizadas.

#### 1.2 JUSTIFICATIVA

No Brasil, o consumo de minerais na indústria do petróleo se manteve inalterado durante muitos anos, porém, após a quebra do monopólio do petróleo no País e a entrada de empresas privadas no setor, nota-se que houve um aumento de investimentos na exploração e produção de petróleo.

De acordo com Coelho e Cabral Junior (2010), a elevação do consumo de bentonita no Brasil se mantém constante, independente do PIB, pois reflete a expectativa de expansão de dois grandes setores consumidores, a indústria petrolífera e a siderúrgica, que apresentam perspectivas de crescimento para os próximos 20 (vinte) anos.

Recentemente, o Brasil passou por uma notável descoberta, o pré-sal, que funcionou como uma grande alavanca proporcionando um crescimento acentuado na indústria de petróleo e gás. E desse momento em diante serão necessários muitos investimentos em tecnologia, nessa área tão multidisciplinar. Este projeto

surgiu pela necessidade de redução de custos de uma das atividades mais onerosas da produção de petróleo e gás, que é a própria perfuração do poço, o que justifica pesquisas tecnológicas, ajudando assim, não somente uma área específica, mas o país como um todo, que hoje em dia ainda é carente em tecnologia, comparado com as grandes potências mundiais.

A perfuração de poços de petróleo torna-se uma atividade dispendiosa por se tratar de um conjunto de ações que necessitam de equipamentos e materiais muito complexos.

Esses equipamentos compõem o que é chamado de sonda de perfuração, pois as rochas são perfuradas através da ação rotativa de uma broca, localizada na extremidade de uma coluna de perfuração; os fragmentos de rocha são retirados pela ação de um fluido de perfuração, comumente chamado de lama, injetado por bombeamento na coluna de perfuração. Ao atingir uma profundidade determinada, a coluna de perfuração é retirada, coloca-se uma camisa metálica para escoramento e executa-se uma cimentação entre os anulares dos tubos; após a devida proteção, a coluna de perfuração é descida novamente, porém, agora, com uma broca de menor diâmetro, e assim, sucessivamente, até o final da perfuração (THOMAS, 2004).

O fluido de perfuração também tem outras funções, a saber, estabilização do solo adjacente, lubrificação da broca, entre outras. Nota-se a grande importância do fluido utilizado nas perfurações, que está realizando inúmeras funções, não é por menos o alto valor econômico da lama bentonítica.

Todo este custo pode ser minimizado para a região Amazônica, pois nosso território possui argila de várzea em abundância, se a mesma mostrar-se apta para tal função.

Segundo Paiva, Morales e Díaz (2008) bentonita é o nome dado para argilas com granulação muito fina, composta essencialmente por minerais do grupo das esmectitas, sendo mais comum a montmorilonita, em concentrações que podem variar de 60% a 95%.

Aproximadamente dez anos atrás, Amorim (2003) afirmou que o Brasil era praticamente autossuficiente em argilas bentoníticas, sendo que a maior ocorrência de argilas bentoníticas conhecida na América do Sul se encontra na cidade de Boa Vista, no estado da Paraíba, contudo, muitas variedades dessas argilas, encontravam-se esgotadas e outras começando a rarear, como a argila Chocolate, considerada de boa qualidade.

Recentemente, Moraes *et al.* (2010) relataram uma grande preocupação com a redução na produção na região de Boa Vista, devido ao exaurimento de algumas reservas, após muitos anos de exploração. O autor também afirma que novas áreas no Brasil devem ser imediatamente exploradas à procura de novas reservas.

Contudo, não adianta ter a matéria-prima, se ela não for capaz de atender às necessidades impostas por normas, para compor um fluido de perfuração. Logo, a necessidade de pesquisas relacionadas com a qualidade de argilas bentoníticas é essencial.

### 1.3 DELIMITAÇÃO DO ESTUDO

A delimitação deste trabalho se dá de maneira prática, pois os fluidos de perfuração têm uma grande abrangência, sendo utilizado um tipo de fluido para cada situação. Existem ao menos 4 (quatro) tipos de fluidos de perfuração, sendo eles: fluidos à base de ar, fluidos à base de água, fluidos à base de óleo e os fluidos sintéticos.

Neste estudo, o fluido foco de pesquisa será o fluido à base de água doce, pois a bentonita sódica e cálcica ativada são os principais minerais utilizados para conferir viscosidade à lama de perfuração à base de água doce. No caso da água salgada, usa-se atapulgita ou sepiolita, porque em água salgada a bentonita perde suas propriedades tixotrópicas (Baltar & Luz 2003).

No caso da bentonita dar-se-á atenção especial para as bentonitas sódicas e cálcicas, justamente por ser o principal minério adicionado ao fluido de perfuração, como citado acima. Dentre outras argilas de grande importância, pode-se citar a bentonita branca de alto valor comercial, por ser rara e muito utilizada na indústria dos cosméticos.

#### 1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

A organização do presente trabalho foi feita em 6 (seis) capítulos. No capítulo 1 (um) é apresentada uma introdução, onde é descrito a motivação para a sua realização, objetivos a serem alcançados, delimitação do estudo e estruturação do trabalho.

No capítulo 2 (dois) é apresentada a revisão de bibliografia, mostrando um breve histórico e também definições interessantes ao tema, como definição de fluidos de perfuração e de argilas bentoníticas.

No capítulo 3 (três) é exposta a metodologia utilizada para a elaboração do trabalho, mostrando as técnicas de caracterização e descrevendo seus meios de aplicação e análises.

No capítulo 4 (quatro) são relatados e discutidos os resultados, e é feito uma comparação com argilas comercialmente utilizadas atualmente, além de argilas caracterizadas em outros trabalhos pesquisados, como nos casos das argilas bentoníticas de Boa Vista na Paraíba.

No capítulo 5 (cinco) é apresentada a conclusão baseada nos resultados, mostrados no capítulo anterior.

No capítulo 6 (seis) são sugeridos trabalhos futuros e por último, são apresentadas as referências bibliográficas e normas utilizadas para a elaboração deste trabalho.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 BREVE HISTÓRICO

Segundo Caenn, Darley e Gray (2011), fluido de perfuração é definido como um material empregado para auxiliar na execução de um poço, sendo que a utilização dos fluidos de perfuração antecedem à indústria do petróleo. A água é o principal constituinte dos fluidos de perfuração utilizados atualmente e foi o primeiro fluido de perfuração. No Egito antigo eram perfurados poços acima de 6 (seis) metros de profundidade com um sistema rotativo manual.

Em 1844, na Inglaterra, Beart descobriu um método de perfuração baseado em um sistema de hastes giratórias e propôs a circulação de água para transportar o material cortado ou movido pelas ferramentas. Ao mesmo tempo, na França, Fauvelle bombeou água em um poço para carrear os detritos para a superfície. Entre os anos de 1860 e 1880, muitas patentes faziam menção à circulação de fluidos de perfuração para remover detritos do poço para a superfície (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Chapman, em 1887, também nos Estados Unidos, propôs em sua patente que certa quantidade de um material argiloso juntamente com o fluxo de água, além de remover os detritos, formaria uma parede impermeável ao longo do poço.

Em 1913, Pollard & Heggen, da U.S. Bureau of Mines, demonstraram a praticidade ao adicionar lama aos poços perfurados com ferramentas de cabo, para selar o fluxo de gás dos estratos.

Lewis & Mcmurray apresentaram uma revisão mais completa sobre fluidos de perfuração em 1916, onde foi definido que o fluido é uma mistura de água com qualquer material argiloso que permanecia em suspensão na água, por um período de tempo considerável, e tem que ser livre de impurezas como areia, cal, detritos de perfuração ou materiais similares.

Essa abordagem mostrou as propriedades dos fluidos e seu desempenho, enfatizando a importância econômica do controle dos fluidos de perfuração, e fez com que os outros materiais, como o cimento e o óxido de ferro, fossem ensaiados em laboratório como materiais que aumentam a densidade da lama. Somente em 1922 iniciou-se o uso da barita para produzir fluidos de alta densidade (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

A bentonita foi utilizada em 1928 na Califórnia para superar problemas de estabilização nos poços. Alguns anos mais tarde, após testes de laboratório e experiência de campo, ficou comprovado que a argila bentonítica era o material mais prático para melhorar a viscosidade do fluido e diminuir a sua perda, por causa da formação de um reboco, em fluidos à base de água doce.

Entretanto, na presença de sais, a bentonita se mostrava ineficiente, não apresentava inchamento e contribuía pouco na redução de perda do fluido. Então, quando um fluido de água salgada de alta viscosidade era desejado, misturava-se inicialmente a bentonita a água doce, para garantir as suas propriedades, e esta lama obtida era posteriormente adicionada a água salgada. Após algum tempo, o fluido perdia suas propriedades e se tornava menos viscoso, sendo assim, necessário um novo tratamento (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

No sudoeste da Geórgia e no noroeste da Flórida, um material constituído principalmente pelo argilomineral atapulgita, que conferia viscosidade à lama de água salgada, foi encontrada em 1937 por Cross e Cross. Embora essa argila apresentasse melhor capacidade de transporte dos detritos de perfuração que as argilas bentoníticas, os poços eram muitas vezes comprometidos pelo reboco formado nas paredes do poço que não apresentava as propriedades desejadas, causando o seu desmoronamento (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Os constantes problemas com o controle do filtrado começaram a ser solucionados em 1939, quando foram introduzidos aos fluidos gomas e amidos naturais. A partir de 1943, as lamas de cal foram largamente utilizadas, no mesmo período, o tanino, defloculante utilizado até então, era substituído pelo lignosulfonato de cálcio, e o amido, agente redutor de filtrado, era substituído pelo carboximetilcelulose sódico (CMC).

Enquanto as lamas de cal estavam sendo utilizadas, os fluidos à base de óleo eram reconhecidos como as lamas que conduziam as perfurações mais rápidas. Boas experiências de campo com emulsões de óleo levaram o American Petroleum Institute (API) a investigar esse tipo de lama, chegando à conclusão que tanto a emulsão de óleo cru quanto a de óleo refinado melhoravam o desempenho dos fluidos à base de água, através do aumento na taxa de perfuração e da vida útil da broca, bem como, pela redução dos problemas do poço. Isto ocorreu por volta da década de 50 (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Em 1956, nos Estados Unidos, a companhia petrolífera Texaco introduziu fluidos com elevada concentração de íons de cálcio, para perfurar formações de folhelhos. No mesmo período, lamas tratadas com gesso eram introduzidas para perfuração de anidrita. Esses fluidos eram preparados pela adição de sulfato de cálcio à bentonita dispersa em água doce. O amido ou CMC (carboximetilcelulose) era adicionado para reduzir o filtrado.

Entretanto, esses fluidos passavam rapidamente do estado sol para o estado gel, e não eram adequados para este tipo de perfuração. King e Adolphson solucionaram o problema através do desenvolvimento dos lignossulfonatos de ferro, cromo, alumínio e cobre (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

O primeiro poço utilizando uma lama de óleo na forma de uma emulsão foi perfurado em 1960 em Los Angeles. Este fluido de perfuração foi produzido com 40% em volume de água emulsificada em óleo refinado (emulsão inversa) (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Caenn, Darley e Gray (2011) relataram que em menos de 50 anos a tecnologia dos fluidos de perfuração à base de óleo teve um enorme avanço; no início, era utilizado óleo cru para melhorar a produtividade e, após meio século, têm-se composições multifuncionais.

Normalmente, é aplicado sob condições severas de temperatura e pressão, formações sensíveis à água, gases corrosivos e sais solúveis em água. Contudo, ao contrário desses aspectos favoráveis, os fluidos de perfuração à base óleo possuem alto custo inicial e precauções devem ser tomadas devido ao seu alto grau de poluição.

Segundo Amorim (2003), os mais novos fluidos de perfuração que vêm sendo desenvolvidos são os fluidos sintéticos, sendo o seu uso relativamente novo e são aplicados em situações severas de perfuração, nas quais seriam utilizados os fluidos à base de óleo.

Burke e Veil (1995) relataram que até 1994 não se tinham informações toxicológicas dos fluidos sintéticos, quando o Departamento de Energia dos Estados

Unidos organizou um grupo de discussão sobre os fluidos de perfuração sintéticos, com representantes das companhias produtoras de óleo, de suprimento para fluidos de perfuração, Instituto de Petróleo Americano, entre outros.

Os representantes da indústria do petróleo forneceram dados dos constituintes tóxicos das lamas à base de sintéticos, os dados de toxicidade foram adquiridos de 61 amostras de campo. Como resultado, foi apresentado que aproximadamente 79% das amostras apresentaram níveis de toxicidade aceitáveis.

A evolução dos fluidos de perfuração no Brasil seguiu a tendência mundial, ou seja, fluidos à base de óleo são utilizados, mas não em sua forma original, por causa de restrições ambientais. Assim, a base de óleo diesel foi substituída por bases orgânicas, que são menos toxicas e os tradicionais fluidos à base de água e bentonita são utilizados até hoje (AMORIM, 2003).

### 2.2 FLUIDO DE PERFURAÇÃO

Segundo ASME (2010), um fluido de perfuração, ou lama, é qualquer fluido usado em operações de perfuração onde o fluido é circulado ou bombeado da superfície ao fundo da coluna de perfuração, através da broca, e volta à superfície pelo espaço anular. A capacidade dos fluidos de perfuração satisfaz muitas necessidades, como citadas a seguir:

Suspender os sólidos cortados, removê-los do fundo do poço e do espaço anular e transportá-los para a superfície;

- Controlar pressões nas formações e manter a estabilidade dos poços;
- Selar formações permeáveis;
- Esfriar, lubrificar e apoiar o conjunto de perfuração;
- Transmitir energia hidráulica para as ferramentas e para a broca;
- Minimizar os danos ao reservatório;
- Permitir adequada avaliação das formações;
- Controlar a corrosão;
- Facilitar a cimentação e o preenchimento;
- Mitigar o impacto no meio ambiente;
- Inibir a formação de hidratados de gás.

A função mais critica dos fluidos de perfuração é minimizar a concentração de sólidos cortados ao redor da broca e através do espaço anular. Ao fazê-lo, o fluido assume essa carga de cortes e se os detritos não são removidos, a lama começar a perder sua habilidade de limpar o poço e criar uma camada de proteção na parede do mesmo.

Para que uma reciclagem seja feita em campo, os detritos devem ser removidos continuamente com eficiência.

#### 2.2.1 Classificação dos Fluidos de Perfuração

A tabela 1 apresenta os tipos de fluidos de perfuração.

Tabela 1: Classificação dos fluidos de perfuração de acordo com seu principal constituinte.Fonte: Caenn, Darley e Gray, 2011.

Gás	Água	Óleo
Gás seco: Ar, Gás Natural, Gases	Água Doce	<i>Óleo</i> : Diesel ou Bruto
de Escape, Gás de combustão		
Névoa : Gotículas de água ou	<i>Solução</i> : Verdadeira e coloidal,	<i>Lama à base de Óleo</i> : Um fluido
lama transportadas no vapor	por exemplo, sólidos não se	de perfuração estável à base de
do ar.	separam da água após longos	óleo contêm:
Espuma : Bolhas de ar cercadas	períodos parados.	1. Agentes de água-emulsificantes
por uma película contendo	Sólidos na solução com água	2. Agentes suspensos
surfactante estailizados de	incluem:	3. Agentes de controle de filtração
espuma.	1. Sais, por exemplo, cloreto	Contém recortes de formações
Espuma Estável: Espuma	de sódio, cloreto de cálcio	perfuradas.
contendo materiais de	2. Surfactantes, por exemplo,	Pode conter barita para aumentar
fortalecimento de película,	detergentes, floculantes	a densidade.
como polímeros orgânicos e	3. Coloides orgânicos, por	
bentonita.	exemplo, celulose e polímeros	
	acreilicos	
	<i>Emulsões</i> : Um líquido oleoso	
	mantido em pequenas gotículas	
	em água por um agente	
	emulsionante, por exemplo,	
	óleo diesel e um surfactante	
	estabilizador de filme.	
	<i>Lama</i> : Uma suspensão de	
	sólidos (por exemplo, argilas,	
	barita, pequenas partículas	
	cortadas) em qualquer um dos	
	líquidos acima, com aditivos	
	químicos necessários para	
	alterar propriedades	

De acordo com Caenn, Darley e Gray (2011), os fluidos de perfuração podem ser classificados conforme o seu constituinte principal, podendo ser à base de gás, à base de óleo e à base de água. Outros autores como Amorim (2003), ASME (2010) e Pereira (1998) ainda consideram um quarto tipo de fluido de perfuração, os fluidos sintéticos, que são relativamente novos comparados aos anteriormente citados.

Segundo Burke & Veil (1995), os fluidos sintéticos podem desempenhar as mesmas funções dos fluidos à base de óleo, e também, serem utilizados nas situações que os fluidos à base de água sofrem limitações.

Os autores ainda afirmam que em comparação aos fluidos à base de água, os fluidos sintéticos reduzem o tempo de perfuração e em relação aos à base de óleo são menos tóxicos, porém, a sua maior desvantagem é o seu custo elevado.

Na figura 1 é mostrado um organograma da divisão feita para os principais tipos de fluidos de perfuração.



**Figura 1:** Esquema geral dos fluidos de perfuração (Ênfase: Baixo teor de sólidos). Fonte: Pereira, 1998.

#### 2.2.1.1 Fluidos à base de água

Segundo Melo (2008), a definição de um fluido à base de água considera, principalmente, a natureza da água e os aditivos químicos empregados no preparo do fluido. A proporção entre os componentes básicos e as interações entre eles provocam sensíveis modificações nas propriedades físicas e químicas do fluido. Consequentemente, a composição é o fator principal no controle das propriedades desses fluidos.

A água é a fase contínua e o principal componente de qualquer fluido à base de água, podendo ser doce, dura ou salgada.

Água doce é caracterizada por toda água que apresenta menos de 1000 ppm de NaCl equivalente. Para fins industriais, não necessita de tratamento prévio, pois praticamente não afeta o desempenho de aditivos empregados, no preparo do fluido.

Água dura é toda água com presença de sais de cálcio e magnésio em quantidade suficiente para alterar o desempenho de aditivos químicos.

Para ser considerada água salgada, deve possuir salinidade superior a 1000 ppm de NaCl equivalente. Pode ser natural como água do mar, ou salgada, artificialmente, com NaCl, KCl ou CaCl2.

A água tem como principal função prover o meio de dispersão para os materiais coloidais. Esses, principalmente, argilas e polímeros, controlam a viscosidade, limite de escoamento, forças géis e filtrado em valores adequados para conferir ao fluido uma boa taxa de remoção dos sólidos perfurados e capacidade de estabilização das paredes do poço.

Os fatores a serem considerados na seleção da água de preparo são: disponibilidade, custo de transporte e de tratamento, produtos químicos que compõem o fluido e equipamentos, tipos de formações geológicas a serem perfuradas e técnicas a serem usadas na avaliação das formações (SHIROMA, 2012).

Os fluidos à base de água podem ser classificados em sete sistemas diferentes (AMORIM, 2003):

- Não dispersos nesta subdivisão estão os fluidos de água e argila, os fluidos naturais e outros levemente tratados. São utilizados em poços de pequenas profundidades, e também, na primeira fase da perfuração. Não são introduzidos aditivos para dispersar os sólidos e as partículas de argila.
- Dispersos quando aumenta a profundidade do poço perfurado, também aumenta a quantidade de sólido gerada. Uma vez que esses sólidos não são removidos do sistema, serão moídos e incorporados ao fluido, inicialmente composto por água e bentonita e, desta forma, alterando sua viscosidade. Logo, defloculantes e redutores de filtrado são inseridos para obter-se a dispersão dos sólidos e controlar a viscosidade, alguns exemplos são lignosulfonatos e lignitos.
- Poliméricos ao serem adicionados polímeros de alto peso molecular, a viscosidade se desenvolve através da floculação dos sólidos perfurados ou através da viscosificação da água. Normalmente, esses sistemas contêm pequenas quantidades de bentonita, e os polímeros mais utilizados geralmente são poliacrilamida, celulose e produtos à base de gomas naturais.
- Tratados com cálcio são utilizados em perfurações onde problemas de desmoronamento, e consequentemente, alargamentos do poço são frequentes, pois esses fluidos não comprometem a formação geológica, já que o filtrado que se difunde através das formações não dispersa as argilas e folhelhos. Nos sistemas a base de cálcio, os principais constituintes são: hidróxido de cálcio (cal hidratada), sulfato de cálcio (gesso) e cloreto de cálcio, além de água e bentonita.
- Baixo teor de sólidos os fluidos de baixo teor de sólidos são aqueles cuja concentração volumétrica de sólidos é inferior a 10,0%. Em sua maioria, os fluidos de perfuração de baixo teor de sólidos são compostos de água, com quantidades variáveis de argilas bentoníticas e de polímeros. Quando necessário, são introduzidos outros aditivos para o controle da reologia do fluido.

- Também estão incluídos nessa classe os fluidos constituídos de água e sólidos resultantes da perfuração. A principal vantagem do uso destes fluidos é um aumento significativo na velocidade de perfuração.
- Sistemas de água salgada nesta classe pode-se dividir os fluidos em saturados de sal e fluidos de água salgada:

Os fluidos saturados de sal têm concentrações de sais próximas a 190.000 mg/L e são usados para perfurar formações salinas, já os fluidos de água salgada são preparados com quantidade de sais entre 10.000 mg/L e 190.000 mg/L, sendo os níveis mais baixos relativos aos fluidos preparados com água doce ou salgada e sais, como cloreto de sódio, cloreto de cálcio, cloreto de potássio, entre outros, que são adicionados até atingir a salinidade desejada.

#### 2.2.1.2 Fluidos à base de óleo

De acordo com Caenn, Darley e Gray (2011), os fluidos de perfuração a base de óleo foram desenvolvidos para superar certas características indesejáveis das lamas à base de água. Essas deficiências são primeiramente devido às propriedades da água: especificamente, sua habilidade de dissolver sais; para interferir com o fluxo de óleo e gás através de rochas porosas; para promover a desintegração e dispersão das argilas; e para pouco efeito de corrosão no ferro.

Além de propiciar um meio para evitar estas características desagradáveis de lamas à base de água, fluidos à base de óleo oferecem potenciais como melhores qualidades de lubrificação, maior ponto de ebulição e menor ponto de congelamento.

Um dos grandes problemas dos fluidos à base de óleo é o seu descarte no meio ambiente, pois seus compostos, por serem ricos em diesel e óleos minerais, tendem a persistir por muitos anos nos meios marinhos e podem diminuir a abundância e diversidade biológica dos organismos que vivem na área afetada. Além do custo para preparar a lama à base de óleo ser superior quando comparado a fluidos à base de água de mesma densidade (BURKE; VEIL, 1995).

A justificativa econômica para selecionar esse tipo de fluido vem do seu desempenho superior sobre condições particulares na sua utilização.

#### 2.2.1.3 Fluidos à base de ar

Perfuração a ar ou gás é um termo genérico aplicado quando o ar ou gás, como todo ou parte, é usado como fluido circulante na perfuração rotativa.

Amorim (2003) e Shiroma (2012) tiveram definições muito próximas para os fluidos à base de ar. Algumas situações recomendam a utilização desses fluidos de baixa densidade, tais como em zonas com perdas de circulação severas e formações produtoras com pressão muito baixa ou com grande susceptibilidade a danos, também em formações muito duras como basalto ou diabásio e em regiões com escassez de água ou regiões glaciais com camadas espessas de gelo.

Na perfuração com ar puro utiliza-se apenas ar comprimido ou nitrogênio como fluido, tendo aplicação limitada a formações que não produzam elevadas quantidades de água, nem contenham hidrocarbonetos. Essa técnica pode ser aplicada em formações duras, estáveis ou fissuradas, onde o objetivo é aumentar a taxa de penetração.

A perfuração com névoa, uma mistura de água dispersa no ar, é empregada quando são encontradas formações que produzem água em quantidade suficiente para comprometer a perfuração com ar puro. Em geral, a perfuração com névoa é executada em conjunto com a perfuração com ar.

Já a espuma é uma dispersão de gás em líquidos, na qual a fase contínua é constituída por um filme delgado de uma fase líquida, estabilizada através de um tensoativo específico, denominado espumante. O emprego da espuma como fluido circulante é justificado quando se necessita de uma eficiência elevada de carreamento dos sólidos, uma vez que ela apresenta alta viscosidade.

Os fluidos aerados aparecem quando se deseja perfurar com um gradiente de pressão intermediário aos fornecidos pelos fluidos convencionais e as espumas. Essa técnica consiste em injetar ar, nitrogênio ou gás natural no fluxo contínuo do fluido de perfuração, diminuindo a densidade do sistema. A perfuração com fluido aerado é recomendada principalmente em regiões onde ocorrem perdas de circulação severas.

## 2.3 GEOLOGIA E LIMNOLOGIA DA REGIÃO DE CONFLUÊNCIA DOS RIOS NEGRO E SOLIMÕES

Soares (2007) estudou a geologia da região de confluência dos rios Negro e Solimões. Através de uma análise litoestratigráfica e morfológica, elaborou um mapa geológico da região, com individualização das principais unidades sedimentares.

Segundo Soares (2007), a área de estudo está inserida parcialmente em três unidades morfoestruturais distintas, definidas na folha SA-20 Manaus: o Planalto Dissecado Rio Trombetas-Rio Negro, a Planície Amazônica e o Planalto Rebaixado da Amazônia (Ocidental). Essas unidades são diferenciadas com base na homogeneidade das formas de relevo e posição altimétrica relativa.

Em sua pesquisa, Soares (2007) fez uma divisão da área de estudo em dois domínios litoestruturais distintos, denominados de I e II, levando em consideração aspectos do relevo, associados a dados litológicos e estruturais.

O domínio I compreende os depósitos de planície aluvial do rio Solimões, ocupando a região Sul e apresentando relevo relativamente plano com cotas que variam de 24 m a 54 m. O domínio II ocupa a porção norte do rio Solimões e a pesquisa se concentrou em áreas mais elevadas, com cotas em torno de 100 m, porém, também abrangeu regiões rebaixadas dispostas em cotas de 24 m a 40 m, que compreendem a bacia do rio Negro, observadas nas Figuras 2 e 3.

Com relação à limnologia, os rios da região amazônica possuem características bem peculiares, podendo ser divididos em três tipos, são eles: rios de águas pretas, rios de águas brancas e rios de águas claras.

A localização das amostras é atingida por um rio de água negra (rio Negro), um rio de água branca (rio Amazonas) e um rio que durante a vazante possui água preta e durante a cheia possui água branca (rio Ariaú).

Goulding, Carvalho e Ferreira (1988) explicaram que quimicamente o rio negro é um dos rios mais pobres do mundo, na concentração absoluta dos seus principais elementos, sendo muito similar à água de chuva. A água negra do rio é extremamente pobre em nutrientes dissolvidos porque a formação geológica da qual drena tem solo muito empobrecido. A característica química mais impressionante do rio Negro é a sua alta acidez ou baixo pH. Isto ocorre, principalmente, devido à grande quantidade de matéria-orgânica ácida. O pH do rio Negro varia de 3,6 a 5,8 dependendo do local e época do ano.

Para o rio Amazonas, a situação é diferente, possuindo água esbranquiçada ao invés da água negra e as diferenças não se prendem apenas na cor da água, mas se estendem para as outras características.

Segundo Santos e Ferreira (1999), esse tipo de rio tem erosão nas cabeceiras muito fortes e a carga de sedimentos é muito alta, o que causa a cor esbranquiçada. Estes rios nascem na região andina ou pré-andina que são formadas, em sua maioria, por sedimentos cretáceos, alcalinos e relativamente ricos em sais minerais e isto reflete na composição química da água, que fica com um pH entre 6 e 7.

O rio Ariaú se diferencia dos dois anteriores por ter um regime mais complexo, pois durante a vazante possui água preta e no período da cheia possui água branca. Isto ocorre porque, na cheia, o rio Solimões (rio de água esbranquiçada) inunda o rio Ariaú.

Logo, as regiões de várzea adjacentes ao rio Ariaú são inundadas por água branca e não negra.

A seguir, a figura 2 mostra um mapa da região de confluência dos rios Negro e Solimões, com a localização dos pontos de coleta das cinco amostras naturais. A figura 3 mostra o mapa da mesma região, porém, com um modelo digital de elevação, destacando as áreas de terra firme e inundáveis.



**Figura 2:** Região de Confluência dos rios Negro e Solimões (Coordenadas UTM, Zona 20M). Fonte: Soares, 2007.



Figura 3: Modelo digital de elevação da região de confluência dos rios Negro e Solimões, destacando as áreas de terra firme e inundáveis (escala de cores).

Fonte: Soares, 2007.

#### 2.4 ARGILAS BENTONÍTICAS

Em 1897, Knight reportou que desde 1888 William Taylor comercializava uma argila peculiar, que tinha a propriedade de aumentar várias vezes o seu volume inicial na presença de água, encontrada em Fort Benton, Wyoming, EUA e propôs a denominação de taylorite, porém, como esta denominação já era utilizada, foi sugerido em seguida o termo bentonita (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Tempos depois, geólogos definiram bentonita como sendo uma rocha composta essencialmente de uma argila cristalina, tendo características de um material formado pela desvitrificação de um material ígneo e vítreo, normalmente um tufo ou cinza vulcânica, por outro lado, esta definição não é a mais adequada, pois há países em que os depósitos de bentonita não foram originados pela ação vulcânica.

Por isso a definição mais aceita atualmente é que o termo bentonita é referido a qualquer argila composta, principalmente, pelo argilomineral esmectitas e cujas propriedades físicas são designadas por este argilomineral (LUZ; LINS, 2008).

Segundo Paiva, Morales e Díaz (2008), bentonita é o nome dado para argilas com granulação muito fina, composta essencialmente por minerais do grupo das esmectitas, sendo mais comum a montmorilonita, em concentrações que podem variar de 60% a 95%.

Segundo Churchman (2002), a usabilidade em diversas aplicações das bentonitas pode ser atribuída variadamente ao seu pequeno tamanho de partícula, alta área de superfície, alta capacidade de absorção e inchamento.

Em adição, bentonitas são plásticas, impermeáveis, e tem alta viscosidade quando suspensas em água. Seus constituintes são camadas de aluminossilicatos que carregam uma alta rede de cargas negativas, dando origem a uma capacidade substancial de troca de cátions. Oliveira (2008) afirmou que a capacidade de troca catiônica das bentonitas varia de 60 meq/100g a 170 meq/100g.

A maioria das suas características úteis são desenvolvidas, ou ao menos aprimoradas, quando a carga das suas camadas são balanceadas com íons de sódio. Estas características conferem à bentonita propriedades muito especificas,
justificando, assim, a sua vasta gama de aplicações industriais (CHURCHMAN, 2008).

#### 2.4.1 Estrutura

Segundo Carlson (2004), minerais argílicos possuem estruturas que se compõem do agrupamento de duas unidades cristalográficas fundamentais, sendo uma com a configuração de um tetraedro e outra de um octaedro.

No primeiro caso, é formado por um átomo de silício (frequentemente substituído por alumínio e ocasionalmente por ferro), equidistante de quatro átomos de oxigênio, compartilhado com outros três tetraedros. E no segundo caso, possuindo, normalmente, um átomo de alumínio, magnésio ou ferro no centro envolvido por seis de oxigênio, ou grupo de hidroxilas OH.

A interação entre estes elementos pode formar diversas espécies de minerais argílicos.

A proporção de cátion para ânion nas folhas octaédricas podem ser, trioctaédricas, onde todos os três sítios octaédricos ao redor da hidroxila devem ser preenchidos para se ter uma neutralidade elétrica, ou dioctaédricas, quando apenas dois a cada três sítios octaédricos precisam ser preenchidos ao redor de cada hidroxila.

Esmectitas dioctaédricas tem principalmente alumínio nas camadas octaédricas, como a montmorilonita, já as trioctaédricas possuem principalmente magnésio na folha octaédrica, a exemplo da saponita.

Há duas possibilidades para as camadas tetraédricas e octaédricas estarem ligadas entre si:

 A estrutura de silicato com camadas 1:1, sendo uma camada tetraédrica e uma octaédrica, onde o oxigênio apical da folha tetraédrica substitui uma hidroxila da camada octaédrica.

- A estrutura de silicato com camadas 2:1 ocorre quando há uma folha octaédrica entre duas folhas tetraédricas, então, 2/3 das hidroxilas na camada octaédrica são substituídas pelos oxigênios apicais das folhas tetraédricas (CARLSON, 2004).

A tabela 2 mostra que as esmectitas distinguem-se em função da ocupação dos seus sítios octaédricos, da natureza dos cátions presentes na sua estrutura e da localização das substituições isomórficas geradoras de carga (ARANHA *et al.,* 2002).

Cátion octaédrico predominante	Carga Lamelar octaédrica	Carga lamelar tetraédrica		
<i>Fe</i> <sup>+3</sup>		Nontronita		
		$R_{0,33}^+ F e^{+3} (S i_{3,67} A l_{0,33}) O_{10} (OH)_2$		
<i>Al</i> <sup>+3</sup>	Montmorilonita	Beidelita		
	$(R_{0,33}^+(Al_{1,67}Mg_{0,33})Si_4O_{10}(OH)_2$	$R_{0,33}^+Al_2(Si_{3,67}Al_{0,33})O_{10}(OH)_2$		
$Mg^{+2}$	Hectorita	Saponita		
	$R_{0,33}^+ (Mg_{2,67}Li_{0,33})Si_4O_{10}(OH)_2$	$R_{0,33}^+ Mg_3 (Si_{3,67} Al_{0,33}) O_{10} (OH)_2$		

**Tabela 2:** Classificação das principais esmectitas e suas fórmulas ideais. Fonte: Aranha *et at.*, 2002.

A figura 4 apresenta a estrutura de duas lamelas de montmorilonita.



**Figura 4:** Estrutura de duas lamelas de montmorilonita. Fonte: Silva & Ferreira, 2008.

Paiva, Morales e Díaz (2008), afirmaram que a montmorilonita possui partículas de tamanhos que podem variar de 2 µm a 0,1 µm, com tamanho médio aproximado de 0,5 µm e formato de placas ou lâminas. Pertence ao grupo dos filossilicatos 2:1, cujas placas são caracterizadas por estruturas constituídas por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha central octaédrica de alumina, que são unidas entre si por átomos de oxigênio comuns a ambas as folhas.

As folhas apresentam continuidade nos eixos a e b e geralmente possuem orientação, aproximadamente, paralela nos planos (001) dos cristais, que lhes conferem a estrutura laminada. Amorim (2003) reforçou que suas camadas estão ligadas fracamente, e com a penetração de água entre estas camadas, as distâncias interlamelares podem passar de 40,0 Å, como mostrado na figura 4.

#### 2.4.2 Hidratação

Segundo Souza Santos (1975), os estudos sobre argilas mostram que as superfícies das suas partículas possuem carga elétrica negativa e sua intensidade dependerá principalmente de suas características mineralógicas. A atividade da superfície do mineral será decorrente das atividades físicas e químicas desta carga superficial. Dos três grupos de minerais argílicos, as montmorilonitas são as mais ativas.

Uma película de água adsorvida, chamada de camada adsorvida, será formada porque as partículas sólidas atraem os íons positivos presentes na água  $(H^+)$ . Este fenômeno ocorre, pois a água apresenta uma distribuição assimétrica de seus átomos, formando um dipolo elétrico, e são atraídas pelas partículas de argila que possuem uma carga elétrica negativa (Figura 5), como citado anteriormente.

As propriedades da água adsorvida são diferentes da água comum, possuindo uma forte ligação devido a grande pressão a que está submetida pelas forças eletroestáticas de adsorção (SOUZA SANTOS, 1975).



**Figura 5:** Interação entre partícula de argila e molécula de água. Fonte: Adaptado de Souza Santos, 1975.

Souza Santos (1975), afirma que existem três formas de interação entre duas partículas coloidais de argilominerais.

- a) Interação entre as faces maiores (*face-to-face* FF) naturalmente, as camadas não podem se tocar devido à camada de águas de solvatação e os cátions superficiais;
- b) Interação entre as faces menores (edge-to-edge FE);
- c) Interação entre face maior e face menor (*face-to-edge* FE ou EF).

Nos casos a e b, a interação predominante é entre as duas camadas iônicas difusas e no caso c, a interação se torna eletroestática devido às camadas difusas possuírem cargas opostas, conforme apresentado na figura 6.





Quando as folhas individuais de montmorilonita são expostas à água, as moléculas de água são adsorvidas na superfície das camadas 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 (AMORIM, 2003).

A espessura da camada interlamelar varia com a natureza do cátion adsorvido e com a quantidade de água disponível. Até os 40 Å de expansão basal, as forças de Van Der Walls atraem as camadas lamelares basais de cargas elétricas opostas, porém neste ponto as camadas estruturais possuem ligações muito fracas para formar o empilhamento das camadas basais. Acima dos 40 Å, o movimento browniano do meio vence as forças de Van Der Waals, assim, as camadas lamelares se separam e se dispersam no liquido (Souza Santos, 1975).

A diferença de hidratação entre a montmorilonita cálcica e sódica está apresentada na figura 7 e é descrita a seguir.



montmorilonita de sódio

#### **ESMECTITAS HIDRATANDO-SE**



Segundo Amorim (2003), quando o cátion associado à argila é o sódio, o inchamento interlamelar pode variar de 11,8 Å, quando seco, a um máximo de 18 Å. A diferença no inchamento das montmorilonitas sódicas e cálcicas deve-se à força

de atração entre as camadas. Quando o cátion é o cálcio, essas forças são mais fortes reduzindo a quantidade de água que pode ser adsorvida.

Já no caso do sódio, que possui uma menor força atrativa, a quantidade de água capaz de penetrar entre as camadas e ser adsorvida é maior. Quando a adsorção de água interlamelar avança, as camadas de argila se separam, expondo uma maior área para hidratação, como mostrado na figura 7.

#### 2.4.3 Tixotropia

Segundo Caenn, Darley e Gray (2011), se a força gel de um fluido for medida imediatamente após ser cisalhada, e repetidamente aumentando o período de descanso, os valores obtidos serão, geralmente, encontrados aumentando a uma taxa decrescente, até alcançar o seu valor máximo. Esse comportamento é a manifestação de um fenômeno chamado tixotropia, o qual foi originalmente descrito por Freundlich (1935) como uma transformação isotérmica reversível de um sol coloidal para um gel.

Este fenômeno é causado pela presença de partículas eletricamente carregadas que lentamente encaixam-se umas às outras, formando uma matriz rígida. Após um período de repouso, o fluido liotrópico não irá escoar, a menos que uma tensão, igual ou superior ao limite de escoamento, seja aplicada.

A tixotropia não deve ser confundida com plasticidade, pois a viscosidade efetiva de um fluido Bingham depende da taxa de cisalhamento, porque a resistência total ao cisalhamento dos componentes estruturais é inversamente proporcional à taxa de cisalhamento, enquanto a viscosidade de um fluido tixotrópico é dependente do tempo de cisalhamento, além da taxa de cisalhamento, pois a estrutura gel desenvolvida pela atração das partículas coloidais muda com o tempo, de acordo com o cisalhamento anterior. Por essa razão, os fluidos tixotrópicos são chamados de fluidos com memória (CAENN; DARLEY; GRAY, 2011).

Segundo Amorim (2003), o efeito tixotrópico nos fluidos é importante durante a operação de perfuração para evitar a sedimentação dos detritos gerados durante a perfuração, em situações onde é necessário interromper a circulação do fluido. Nesta situação, o fluido permanece em repouso no poço e deve manter os sólidos em suspensão até o retorno da operação. Amorim (2003) ainda afirmou que apesar da tixotropia ser desejável nos fluidos de perfuração, deve ser cuidadosamente controlada, pois se ela for excessiva, o fluido poderá causar erosões nas paredes do poço, devido à alta capacidade de carreamento, ou seja, provocando um efeito de arraste. Logo, um controle adequado da reologia dos fluidos é requerido, uma vez que essas características interferem na limpeza e erosão do poço, na suspensão e carreamento de sólidos e, principalmente, no sucesso da perfuração.

Shiroma (2012) apresentou uma estrutura denominada *house of cards* pois se assemelha a uma casa feita com cartas de baralho, a qual seria a estrutura gel dos fluidos, sendo uma estrutura frágil, que pode ser destruída por agitação, mas, que volta ao seu estado normal quando deixada em repouso.

Essa estrutura é formada porque as partículas são muito anisométricas (placas largas e fibras longas e finas) e estas podem flocular, gerando associações aresta-aresta e aresta-face dentro de todo o volume da suspensão, formando um gel rígido e elástico (fenômeno de gelificação) que prende todo o liquido nos vazios. Importante ressaltar que as associações face-face também podem ocorrer de forma simultânea, porém o número de estruturas *house of cards* é reduzido, o que resulta em uma leve alteração no comportamento reológico do fluido, conforme mostrado na figura 8.



**Figura 8:** Estrutura "*House of Cards*". Fonte: Adaptado de Shiroma, 2012.

## 3 METODOLOGIA

Segundo Nogueira (2001), a caracterização de um solo, através de parâmetros obtidos em ensaios de laboratório, depende, simultaneamente, da qualidade da amostra e do procedimento dos ensaios. Tanto para a amostragem quanto para os ensaios existem normas brasileiras e estrangeiras, que regem o assunto e que, portanto, devem ser obedecidas.

As argilas de estudo correspondem a um material sedimentar de origem fluvial e foram coletadas deformadas, para isso o local passou por uma limpeza, retirando a vegetação superficial, raízes e qualquer outro material estranho. Para a coleta do material foram utilizadas pás, enxadas e sacos de ráfia.

Cerca de 30 quilogramas de cada amostra foi recolhida e etiquetada com informações sobre local, número e data da remoção. Após a coleta, o material foi espalhado sobre uma lona para secar durante sete dias ao ar livre.

Duas amostras foram coletadas do município de Iranduba, pertencente à região metropolitana de Manaus e afastado 20 quilômetros da capital, em uma jazida de propriedade de uma certa olaria. Essas argilas vêm sendo utilizadas para fabricação de cerâmicas vermelhas, sobretudo tijolos e, em menor escala, telhas. As argilas receberam o nome, de acordo com sua aparência, de amostra vermelha e mosqueada.

Uma terceira argila foi coletada no bairro Puraquequara, localizado na zona leste de Manaus, e recebeu o nome de amostra cinza. Além do nome relacionado à cor das argilas, as mesmas também receberam a numeração 1, 2 e 3, sendo argila vermelha, mosqueada e cinza respectivamente (Figura 9).

Outras duas argilas encontradas na região de várzea do rio Ariaú foram adicionadas aos estudos, possuindo características visuais semelhantes às encontradas na cidade de Iranduba, porém com tons mais escuros, possuindo denominações, também, de mosqueada e vermelha. Entretanto, a numeração das amostras adotadas foi 4 para a mosqueada e 5 para a vermelha (Figura 10).

Uma amostra de bentonita industrializada, fornecida pela empresa M-I SWACO do Brasil – Comércio, Serviços e Mineração Ltda e identificada como M-I GEL PRO, passará por todos os processos de caracterização, para efeito de comparação, sendo a nomenclatura adotada BET.

A tabela 3 mostra um resumo das amostras de acordo com a identidade visual e o rio que inunda a sua região de várzea.

Amostra	Cor	Rio	
1	Vermelha	Negro	
2	Mosqueada	Negro	
3	Cinza	Amazonas	
4	Mosqueada	Ariaú	
5	Vermelha	Ariaú	

 Tabela 3: Resumo das amostras naturais.



**Figura 9:** Amostras de argila: 1. Vermelha – rio Negro, 2. Mosqueada – rio Negro e 3. Cinza – rio Amazonas.





As figuras 9 e 10 mostram as cinco amostras de argila antes do processo de destorroamento. Os ensaios de granulometria, limites de Atterberg, umidade, massa específica real e o destorroamento do material foram realizados no laboratório de Pavimentação (LPAV) da Universidade Federal do Amazonas.

## 3.1 GRANULOMETRIA

A análise granulométrica das argilas foi realizada em duas etapas, a primeira sendo realizada na fração total do solo e a segunda apenas na fração fina (< 0,074 mm). Para a amostra industrializada de bentonita, apenas a granulometria na fração fina foi realizada.

Para a fração total das argilas a análise granulométrica foi determinada de acordo com a NBR 7181-84. Os gráficos das curvas de distribuição de tamanho de partículas encontram-se no Anexo 2. As figuras de 11 a 13 mostram algumas etapas realizadas para os ensaios de granulometria.



Figura 11: a) Almofariz de porcelana e mão-de-gral recoberta com luva de borracha utilizados para destorroamento do material em estudo. b) Sequencia de peneiras utilizadas no ensaio de granulometria.



Figura 12: Amostras em repouso com Hexametafosfato de Sódio, para defloculação.



**Figura 13:** Processo de sedimentação das amostras de argila. Da esquerda para a direita, cada 3 provetas representam uma amostra, sendo: amostras 1, 2 e 3, respectivamente.

A granulometria da fração total foi realizada no laboratório de Pavimentação (LPAV) da UFAM. Para granulometria da fração fina foi utilizada a técnica de determinação de granulometria a laser no aparelho da Malvern Mastersizer, no laboratório de Estruturas (LABEST) do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia – Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE – UFRJ).

## 3.2 LIMITES DE ATTERBERG

Os limites de Atterberg foram determinados de acordo com as normas NBR 6459-84 e NBR 7180-84, encontrando-se o limite de plasticidade, o limite de liquidez e o índice de plasticidade das argilas estudadas. A figura 14 apresenta o equipamento utilizado para a realização dos ensaios de limite de liquidez e limite de plasticidade.



**Figura 14:** Espátula, almofariz de porcelana, placa de vidro esmerilhada, gabarito cilíndrico, aparelho de Casagrande e cinzel.

Os Limites de Atterberg são importantes para analisar a capacidade de expansão volumétrica das argilas (NOGUEIRA, 2001).

# 3.3 MASSA ESPECÍFICA REAL

A massa específica foi determinada pelo método de picnometria de hélio em equipamento Gas Pycnometer, marca Micromeritics e modelo AccuPyc 1340 (Figura 15). O ensaio de picnometria de hélio foi realizado no laboratório de Estruturas (LABEST) da COPPE – UFRJ.



Figura 15: Aparelho utilizado para determinação da massa específica, AccuPyc 1340.

Os resultados são apresentados em g/cm<sup>3</sup>. A tabela 4 mostra os intervalos de variação das massas específicas de alguns minerais.

Mineral	Massa Específica real (g/cm³)
Feldspato	2,590 - 2,900
Mica	2,700 – 3,200
Caulinita	2,600 - 2,650
Montmorilonita	2,500 – 2,800
Ilmenita	4,500 - 5,000
Magnetita	5,200
Goetita	4,400
Quartzo	2,650

**Tabela 4:** Massa específica real de diferentes minerais. Fonte: Nogueira, 2001.

### 3.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

A Fluorescência de Raios-X é muito eficiente para determinar a composição química e os metais em baixas concentrações. Apresenta alta precisão, sensibilidade e exatidão, quando comparada às técnicas de absorção atômica e emissão com fonte de plasma.

Os procedimentos de preparação de amostras são simples, não requerendo tratamentos químicos prévios e as análises quantitativas são multielementares.

De acordo com Scapin (2003), a Fluorescência de Raios-X por dispersão de comprimento de onda, consiste em incidir um feixe de Raios-X em uma amostra e produzir radiações fluorescentes (transições eletrônicas dos elétrons das camadas mais internas dos átomos), que são características para cada elemento químico. Estas radiações são difratadas por um cristal analisador (de acordo com a Lei de Bragg) e captadas por um detector.

Essa técnica é aplicada para a determinação qualitativa e quantitativa de maiores e menores constituintes e traços em diversos tipos de materiais, incluindo solos. As vantagens são: análises químicas multielementares, sem o uso de curvas de calibração, alta sensibilidade, metodologias não destrutivas e rápidas.

As seis amostras foram analisadas em um aparelho Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, marca Shimadzu e modelo EDX-720 (Figura 16), no laboratório de Estruturas (LABEST) da COPPE – UFRJ.



Figura 16: Aparelho EDX-720 utilizado para análise química.

Riley (1951) apresentou um gráfico triangular, onde era possível analisar a capacidade de expansão das argilas, baseadas na sua composição. Esse gráfico faz uma relação entre as proporções de sílica, alumínio e os demais elementos presentes na argila, como mostrado na figura 17.





Fonte: Adaptado de Riley, 1951.

## 3.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para determinar a estrutura cristalina, a técnica escolhida foi a Difração de Raios-X. Scapin (2003), dentre outros autores, afirmou que essa técnica é a mais indicada para determinação das fases cristalinas, porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos, separados entre si por distâncias da mesma ordem e grandeza dos comprimentos de ondas de Raios-X.

Ao ser comparada com outras técnicas, apresenta algumas vantagens como simplicidade e rapidez nos métodos de preparação das amostras, confiabilidade nos resultados (visto que o perfil de difração obtido é característico para cada fase cristalina), possibilidade de análise de materiais compostos por uma mistura de fases e análise quantitativa destas fases. Segundo Scapin (2003), a Difração de Raios-X é um fenômeno de interação entre a radiação eletromagnética (Raios-X) e o material ordenado. Para a ocorrência da difração é necessário que o comprimento de onda da radiação incidente seja da mesma ordem de grandeza do espaçamento interatômico do material analisado, ou seja, da ordem de angstrom (Å). A incidência de Raios-X sobre o átomo provoca o espalhamento da radiação em todas as direções. A interferência construtiva dos Raios-X espalhados, provenientes de vários átomos, caracteriza a difração.

A utilização da técnica de Difração de Raios-X se torna mais indicada ao se caracterizar argilominerais, pois uma analise química reportaria elementos químicos presentes no material, mas não a forma como estão ligados, ou seja, sua estrutura (ALBER et al., 2002).

Realizaram-se 3 (três) analises para cada argila, a primeira feita com a amostra natural, a segunda tratada com etilenoglicol e a terceira com a amostra aquecida a 550 °C.

O tratamento com etilenoglicol ou glicerol é extensivamente utilizado para auxiliar no tratamento de expansão de argilas, pois se um mineral se expande e quanto se expande é uma informação adicional que contribui para a sua identificação.

O tratamento térmico também auxilia na identificação dos argilominerais, por propiciar mudanças nas distâncias interplanares ou perda de estrutura cristalina (SCAPIN, 2003).

Esses tratamentos, de solvatação em etilenoglicol e calcinação, para melhor identificação de argilominerais, foram utilizados nos trabalhos de Yildiz & Kuscu (2007), Campos (2007), Menezes (2009), Karagüzel *et al.* (2010), Paz *et al.* (2011).

Para a preparação das amostras, a fração fina foi separada da fração grossa com a utilização da peneira #200, com abertura de 74 µm (0,074 mm), em seguida 30 gramas foram transferidas para um recipiente com 300 ml de solução defloculante de pirofosfato de sódio e colocadas em um misturador por 24 horas.

Após esse período, coloca-se a solução em uma proveta, com capacidade para 1000 ml, e é adicionada água destilada até completá-la, a solução é misturada manualmente, para homogeneização, por um minuto e ficará em repouso durante mais 24 horas. A argila é separada do silte por decantação (Lei de Stokes) e utilizase uma pipeta para remover a argila em suspensão, com cuidado, pois perturbações podem elevar o silte em repouso no fundo da proveta.

Então, a solução é transferida para tubos de ensaio e colocada em uma centrífuga para agilizar a decantação da argila. O equipamento utilizado para a centrifugação foi o Excelsa II modelo 206 BL, operando a três mil rotações por minuto, com uma força equivalente a 1529 vezes a gravitacional durante 20 minutos. Por último coloca-se o material recolhido da centrífuga em uma estufa a 60 °C ± 2 °C por 24 horas.

Esse método, realizado para separar o argilomineral do solo, está na sequencia de imagens apresentadas na figura 18.

O método do pó foi utilizado em todas as amostras, como eram três lâminas para cada amostra, foram obtidas dezoito lâminas ao todo.

A primeira foi seca em estufa a 60 °C, processos de secagem realizados em temperaturas superiores podem levar a interferências no comportamento reológico. Quando isso ocorre, a reidratação da argila é dificultada, pois a água interlamelar é expulsa e a argila pode adquirir a estrutura cristalina próxima a da mica moscovita (AMORIM, 2006).

A segunda amostra foi solvatada em etilenoglicol por, no mínimo, 48 horas. Para isso, as argilas foram colocadas em um dessecador com etilenoglicol no fundo e um suporte perfurado foi posto para as amostras não entrarem em contato direto com o solvente, deixando a atmosfera saturada. Então, o dessecador foi colocado em uma estufa a 60 °C.

A terceira e última foi calcinada em uma mufla por 2 horas a 550 °C, a taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C por minuto.

Para a preparação das lâminas, aproximadamente um grama de argila é depositado e homogeneizado com outra lâmina, porém, sendo esta de vidro.





O difratrômetro utilizado foi um BRUKER, modelo D8 FOCUS (Figura 19) e as condições para o ensaio foram: método do pó, varredura de 3º a 45º em 2θ, radiação  $K_{\alpha} C_{u}$ , 40 kV, 40 mA, passo de 0,02º, tempo por passo de 5 segundos. O software empregado para identificação é do próprio equipamento e o banco de dados utilizado foi o PDF2.



Figura 19: Aparelho Bruker modelo D8 Focus, utilizado para Difração de Raios-X.

A Difração de Raios-X foi realizada no laboratório de Estruturas (LABEST) da COPPE – UFRJ.

Toda a etapa de preparação das amostras para a realização dos ensaios de Difração de Raios-X foi realizada no laboratório de Geoquímica, do curso de Geologia da Universidade Federal do Amazonas.

# 3.6 ANÁLISE TÉRMICA

Segundo Silva (2001), a análise termogravimétrica determina a variação de massa de uma amostra em função da temperatura. A curva resultante fornece informações sobre estabilidade térmica, composição da amostra inicial e compostos intermediários que porventura se formem no decorrer da análise.

Enquanto a termogravimetria analisa a perda de massa com a variação da temperatura, a análise térmica diferencial avalia o comportamento endotérmico e exotérmico dos minerais existentes na amostra (SOUTO, 2009).

O equipamento utilizado foi um SDT, modelo Q600 (Figura 20), e as condições estabelecidas foram: alcance de temperatura de 25 °C a 1000 °C, taxa de aquecimento de10 °C/min, atmosfera de nitrogênio e aproximadamente 20 mg de amostra.

A análise termogravimétrica foi realizada no laboratório de Estrutura (LABEST) da COPPE – UFRJ.



**Figura 20:** A) Detalhe do aparelho aberto para inserir a amostra, B) detalhe do preenchimento do cadinho com, aproximadamente, 20 mg de amostra e C) aparelho SDT, modelo Q600, utilizado para análise térmica.

## 3.7 ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO

A técnica de adsorção de azul de metileno é largamente utilizada pela sua facilidade de aplicação e por não necessitar de equipamentos especiais, entretanto apresentando resultados precisos.

Sua maior utilização é para determinação da área superficial específica e para capacidade de troca catiônica, apesar de também ser utilizado para determinação da fração fina (YENER *et al.*, 2012, YUKSELEN; KAYA, 2008, WANG *et al.*, 2004, KAHR; MADSEN, 1995, ALTHER, 1986).

Ao calcular a área específica superficial, a técnica de adsorção azul de metileno apresenta maiores valores, quando comparado com a técnica desenvolvida por Brunauer, Emmett e Teller (BET), na qual é feita a adsorção de nitrogênio.

Isto ocorre porque as moléculas de nitrogênio não conseguem penetrar entre as camadas das argilas, devido ao seu tamanho, fornecendo, assim, apenas a área superficial externa. O azul de metileno consegue penetrar e seu resultado final apresenta a soma das áreas interna mais externa (YUKSELEN; KAYA, 2008).

Baltar e Luz (2003), afirmam que os valores de CTC padrões para argilas bentoníticas variam entre a faixa de 60 meq/100g a 170 meq/100g.

O ensaio de adsorção de azul de metileno foi realizado no Laboratório de Geoquímica do setor de Geologia da COPPE – UFRJ.

#### 3.8 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO

A técnica de espectroscopia de infravermelho é utilizada para verificar as bandas de absorção característica de cada material. Nas argilas, normalmente, são observadas as seguintes absorções: presença de hidroxilas, água adsorvida, ligações Si-O-Si e camada octaédrica (SILVA, 2011; MADEJOVÁ, 2003).

As análises de espectroscopia no infravermelho das amostras de argilas naturais e da industrializada foram realizadas em equipamento Nicolet 6700-FTIR, utilizando o método do brometo de potássio (KBr). Esse método consiste na realização do ensaio empregando a amostra na forma de pastilhas prensadas com KBr, usando uma pressão de 5 toneladas por 30 segundos, a proporção utilizada foi 1% de argila e 99% de brometo de potássio.

O ensaio ocorreu com 32 varreduras abrangendo a faixa de 4000  $cm^{-1}$  a 400  $cm^{-1}$ , uma resolução de 4  $cm^{-1}$  e foram realizados no Departamento de Química Inorgânica do Instituto de Química da UFRJ.

#### 3.9 AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO

Devido aos resultados favoráveis na caracterização das argilas, decidiu-se realizar um breve estudo reológico, para avaliar o seu desempenho como fluido.

Reologia é a ciência que estuda a deformação de todo tipo de matéria, mas, tem tido seus maiores avanços no estudo do comportamento de escoamento dos fluidos (MACHADO, 2002).

Segundo Gridi-Bennadji *et al.* (2012), o comportamento reológico dos materiais montmoriloníticos em água são muitos sensíveis a vários parâmetros,

como concentração, carga das lamelas, cátions trocáveis, tamanho de partícula, morfologia, temperatura, e ambiente químico (pH, força iônica).

Caenn, Darley e Gray (2011) afirmam que o interesse primário na reologia está na relação entre a pressão e vazão, e a influência delas nas características de fluidez. Há duas diferenças fundamentais entre esta relação.

A primeira de regime de escoamento laminar, onde prevalece em velocidades de fluxo baixas. O fluxo é ordenado e a relação pressão-velocidade é uma função das propriedades de viscosidade do fluido.

A segunda é o regime de escoamento turbulento, que prevalece em altas velocidades de fluxo. O fluxo é desordenado e governado primeiramente propriedade de inércia do fluido em movimento, as equações de fluxo são empírica neste caso.

As equações de escoamento laminar que relacionam comportamento do fluxo para as características de escoamento do fluido são baseadas em certos modelos, sendo eles: o Newtoniano, o Bingham ou plástico ideal, o pseudoplástico e o dilatante. Entretanto, apenas os três primeiros são de interesse no estudo de fluidos de perfuração (CAENN; DARLEY; GRAY, 2001).

As equações de escoamento laminar que relacionam comportamento do fluxo para as características de escoamento do fluido são baseadas em certos modelos, sendo eles: o Newtoniano, o Bingham ou plástico ideal, o pseudoplástico e o dilatante. Entretanto, apenas os três primeiros são de interesse no estudo de fluidos de perfuração (CAENN; DARLEY; GRAY, 2001).

Os ensaios realizados para avaliar a reologia dos fluidos utilizaram como base as normas N-2604 e N-2605 (Petrobras, 1998) e foram analisadas as viscosidades plástica e aparente, limite de escoamento, filtrado API, resíduo na peneira 200 mesh e umidade.

Para o preparo da solução foi adicionado 500 ml de água destilada ao copo de um agitador modelo Hamilton Beach (Figura 21), em seguida 32,1 g de argila foram adicionados gradualmente, a solução foi misturada durante 20 minutos a uma velocidade de 17.000 rpm e, após, deixada em repouso durante 24 horas.

Decorrido o período de 24 horas, a solução é retornada ao copo do misturador e mantida em agitação durante 5 minutos, em seguida colocou-se, a polpa gerada, no copo de um viscosímetro da marca Fann, modelo 35A (Figura 22). Efetuou-se a leitura após 1 minuto na velocidade de 600 rpm e a velocidade foi alterada para 300 rpm realizando uma nova leitura após 1 minuto.



Figura 21: Misturador Hamilton Beach.

Também foram feitas leituras para o cálculo da força gel inicial e final, para este ensaio o viscosímetro é mantido a uma velocidade de 600 rpm por 2 minutos, em seguida a velocidade é alterada para 3 rpm e a leitura da força gel inicial é feita imediatamente após 15 segundo, para a leitura da força gel final a polpa fica em repouso por 10 minutos e liga-se o aparelho na velocidade de 3 rpm efetuando a leitura de forma imediata.

No teste de filtrado API foi utilizado um filtro prensa da marca Fann, série 300 (Figura 23), juntamente com um filtro Whatmann nº 50 e a polpa foi transferida para o filtro após 5 minutos no misturador, então foi aplicada uma pressão entre 85 psi (5,97 kgf/cm<sup>2</sup>) e 100 psi (7,03 kgf/cm<sup>2</sup>) durante 30 minutos. O resultado é obtido com a quantidade de fluido passante e é anotado com uma precisão de 0,2 ml.

Os ensaios reológicos foram realizados no Laboratório de Separação Sólidolíquido do CETEM.



Figura 22: Viscosímetro Fann, modelo 35A.



Figura 23: Filtro prensa Fann, série 300.

# 3.10 PH

Yildiz, Sarikaya e Çalimli (1999) estudaram a influência do pH e do cloreto de sódio no comportamento reológico de suspensões de bentonita, seus resultados

mostraram que a tensão de escoamento alcança seu valor mínimo com um pH em torno de 7 e que a tensão de cisalhamento diminui em concentrações ácidas, por volta de 4.

Na literatura, são propostos dois mecanismos que podem iniciar a formação de uma estrutura gel em argilas montmoriloníticas: a formação do gel pode ser atribuída à atração eletroestática entre as faces carregadas negativamente e as bordas carregadas positivamente das partículas, ou, devido ao longo alcance da dupla camada eletrostática de repulsão.

Benna *et al* (1999) sugerem que os dois mecanismos não são exclusivos, podendo operar em conjunto e que provavelmente as formas de atração entre as partículas para gerar o gel dependa particularmente do pH.

De acordo com Kelessidis, Tsamantaki e Dalamarinis (2007), as faces das partículas de montmorilonita são carregadas negativamente e suas arestas podem estar carregadas positivamente, quando o pH está abaixo do ponto isoelétrico, ou carregadas negativamente, se o pH estiver acima do ponto isoelétrico. O ponto isoelétrico é quando as arestas não possuem cargas.

O efeito do pH é de grande importância no estudo reológico das dispersões, pois altera o modo como as partículas interagem entre si. Fluidos de perfuração à base de água variam o seu pH entre 9 e 12 (KELESSIDIS; TSAMANTAKI; DALAMARINIS, 2007).

A análise do pH foi realizada com um aparelho pHmetro, marca Digimed e modelo DM-22 (Figura 24), no laboratório de Separação Sólido-líquido do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).



Figura 24: Equipamento utilizado para análise de pH das polpas das argilas, pHmetro, DM-22.

# 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 4.1 GRANULOMETRIA

A tabela 5 mostra um resumo da porcentagem de material por amostra.

Amostra	Argila	Silte	Areia Fina	Areia Média	Areia Grossa
	< 0,004 mm	0,004 mm até 0,062 mm	0,062 mm até 0,250 mm	0,250 mm até 0,500 mm	0,500 mm até 2 mm
1	38,3%	20,9%	38,4%	2,3%	0,1%
2	46,0%	40,4%	13,5%	0,1%	0,0%
3	51,0%	11,3%	15,3%	18,4%	3,9%
4	47,6%	40,3%	7,2%	2,0%	1,9%
5	27,4%	41,0%	30,4%	0,6%	0,2%

Tabela 5: Porcentagem de material por amostra.

De acordo com o Sistema Unificado de Classificação (Unified Classification System – U.S.C.), todas as cinco amostras se enquadram no grupo dos solos finos, onde a maioria absoluta dos grãos possuem diâmetros inferiores a 0,074 mm (SANTOS, 2006).

As figuras de 25 a 30 mostram as curvas de distribuição de tamanho de partícula da fração fina das amostras, realizadas através de granulometria a laser.



**Figura 25:** Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra 1, argila vermelha – rio Negro.



**Figura 26:** Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra 2, argila mosqueada – rio Negro.



Figura 27: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra 3, argila cinza – rio Amazonas.



Figura 28: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra 4, argila mosqueada - rio Ariaú.

Após os processos de destorroamento e peneiramento, as amostras mostraram curvas de distribuição de partículas (fração fina) semelhantes. E se apresentam dentro do padrão para argilas bentonitas.



**Figura 29:** Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra 5, argila vermelha - rio Ariaú.



Figura 30: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração fina da Amostra BET, argila bentonita industrializada.

A amostra com o menor tamanho de partículas foi a número 2, esta não é uma característica ideal para argilas utilizadas em fluidos de perfuração, devido às propriedades necessárias, como será visto no item 4.10. Onde ela não foi capaz de gerar a parede impermeabilizante, conhecida como *Mud Cake*, no teste de volume de filtrado.

A amostra 3 foi a que apresentou o maior tamanho de partículas e também uma distribuição de partículas não uniforme, ou seja, sua curva apresentou uma quebra no meio e isso representa pouca quantidade de partículas de tamanhos intermediários.

A amostra de argila industrializada (A-BET) apresentou a distribuição de partículas mais uniforme dentre todas, sendo a amostra 4 a segunda com distribuição mais uniforme.

Além disso, a A-4 apresentou valores aproximados de tamanho de partículas, com relação à amostra A-BET. Sendo os valores do diâmetro de cinquenta por cento das partículas, D (0.5), equivalente a 14,2 µm e 15,4 µm, das amostras A-4 e A-BET respectivamente.

#### 4.2 LIMITES DE ATTERBERG

Os resultados obtidos com os ensaios de limite de liquidez e limite de plasticidade encontram-se na Tabela 6.

Amostra	Limite de Liquidez	Limite de Plasticidade	Índice de Plasticidade
1	45,35%	24,19%	21,16%
2	45,80%	24,35%	21,45%
3	47,40%	31,69%	15,71%
4	50,83%	31,22%	18,61%
5	38,58%	25,44%	13,14%

 Tabela 6: Resultados dos limites de liquidez, plasticidade e índice de plasticidade.

Logo, as cinco amostras naturais receberam a nomenclatura CL (C = Clay e L = Low) pelo Sistema Unificado de Classificação, representando uma argila de baixa compressibilidade. O U.S.C define alta e baixa compressibilidade através do ensaio de Limite de Liquidez, sendo LL > 50 alta compressibilidade e LL < 50 baixa compressibilidade (SANTOS, 2006).

Ao fazer a classificação através do sistema H.R.B. encontram-se a primeira, a segunda e a quinta amostra no subgrupo A-7-5 e a terceira e quarta amostra no subgrupo A-7-6 como pode ser visto no quadro 1. Segundo Santos (2006), os solos pertencentes ao grupo A-7 são materiais argilosos com alto limite de liquidez e grandes variações volumétricas.

### 4.3 MASSA ESPECÍFICA REAL

Os resultados obtidos de massa específica real das amostras estão apresentados na tabela 7 e expressas em g/cm<sup>3</sup>.

Amostra 1 Vermelha Rio Negro	Amostra 2 Mosqueada Rio Negro	Amostra 3 Cinza Rio Amazonas	Amostra 4 Mosqueada Rio Ariaú	Amostra 5 Vermelha Rio Ariaú	Amostra BET Industrializada
2,73	2,72	2,50	2,72	2,76	2,61

 Tabela 7: Massa Específica das seis amostras.

Dentre os resultados, a amostra 3 (três) foi a que obteve o menor, atingindo um valor de 2,50 g/cm<sup>3</sup>. As demais amostras apresentam um valor médio de 2,74 g/cm<sup>3</sup> e para a amostra de bentonita industrializada o resultado foi de 2,61 g/cm<sup>3</sup>.

Os valores obtidos são superiores aos encontrados na literatura (MENEZES, 2009; COELHO; SOUZA SANTOS; SANTOS, 2007).

Todas as amostras estão dentro do intervalo de massa específica característica para o argilomineral montmorilonita, mas não é possível fazer uma associação direta. Pois, minerais como feldspato e mica também apresentam intervalo aproximado a esses de massa específica.

## 4.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

A Fluorescência de Raios-X das cinco amostras está apresentada na tabela 8. Nos seis exemplares, os resultados obtidos foram parecidos, com concentração de óxidos de silício, alumínio, ferro, potássio e titânio, outros elementos encontrados apresentaram porcentagens abaixo de meio por cento, na amostra industrializada também foi encontrado cálcio em boas proporções.

Os óxidos de  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$  compõem mais de 70% das amostras, sendo provavelmente originários dos argilominerais e da sílica livre, esses dados são coerentes com a literatura (SOUZA SANTOS, 1975; SILVA, 2011).

Os valores encontrados de  $TiO_2$  variaram de 0,8% a 1,4%, esses resultados não devem causar alterações nas propriedades tecnológicas das argilas. O mesmo vale para os óxidos de  $SO_3$ , MnO,  $Cr_2O_3$  e CuO, os quais apresentaram valores abaixo de 0,5% por cento.

	Concentração					
Composto	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	BET
SiO <sub>2</sub>	45,4%	44,8%	44,6%	45,8%	40,4%	58,1%
$Al_2O_3$	33,5%	36,6%	33,2%	34,4%	38,5%	22,8%
$Fe_2O_3$	8,6%	8,3%	4,3%	10,7%	10,6%	8,1%
<i>K</i> <sub>2</sub> <i>0</i>	1,5%	1,6%	1,0%	2,0%	1,7%	0,6%
<i>TiO</i> <sub>2</sub>	1,4%	1,4%	1,1%	1,3%	1,1%	0,8%
CaO			Traços			1,5%
PF	9,2%	6,8%	15,0%	5,6	7,0%	7,5%

 Tabela 8: Fluorescência de Raios-X das seis amostras em concentração por composto.

\*PF = Perda ao fogo

O oxido de cálcio ocorreu em apenas duas amostras, na A-3 onde foram encontrados apenas traços, não devendo causar alterações significativas e na A-BET com resultado de 1,5%, normalmente o cálcio está presente nas argilas montimoriloníticas na forma de cátions trocáveis.

O teor de  $K_20$  variou de 0,6% a 2,0%, Amorim (2003) afirmou que o potássio pode interferir na reologia de bentonitas, caso o processo de secagem ocorra em temperaturas superiores a 60 ± 2 °C. Porém, a secagem das argilas foi controlada em 60 ± 2 °C, evitando problemas de reidratação.

De acordo com Souza Santos (1975), a perda ao fogo representa a perda de água intercalada, de água de hidroxilas dos argilominerais, de matéria orgânica e carbonatos. A perda ao fogo das amostras variou de 5,6% a 15,0%.

A perda ao fogo elevada na amostra 3 (15%) confirma sua alta concentração de matéria orgânica.

Aplicando os resultados da fluorescência de Raios-X no diagrama apresentado por Riley, percebe-se, na figura 31, que a única amostra que aparece dentro da área de expansibilidade é a argila industrializada (A-BET). As amostras naturais ficaram locadas a esquerda do trecho considerado ideal por Riley (1951).



Figura 31: As seis amostras estudadas inseridas no diagrama de Riley.

## 4.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Através dos difratogramas das amostras 1, 2, 3 e 5 foi possível identificar ilita e caulinita como os principais argilominerais presentes, também foi possível identificar quartzo nas quatro amostras. O tratamento com etilenoglicol não causou alteração de picos, evidenciando que não houve alteração no espaçamento basal, propriedade dos argilominerais expansivos.

A queima a 550 °C acarretou na destruição da caulinita (K) nas quatro amostras, ficando apenas a sobreposição de picos característicos da ilita (I) e do quartzo (Q).

Dentre essas quatro, apenas a amostra 3 apresentou picos característicos do argilomineral montmorilonítico, porém, não houve deslocamento do pico após o tratamento com etilenoglicol. Ou seja, a argila não apresentou expansão.

Isto pode ocorre devido a sua grande quantidade de matéria orgânica, confirmado nos resultados de fluorescência de raios-x (item 4.4), a matéria orgânica deixa o pH mais ácido através do ácido húmico, interferindo na interação entre as partículas como visto no item 3.10.

As figuras 32, 33, 34 e 36 apresentam os difratogramas das amostras 1, 2, 3 e 5, secas a 60 °C, tratadas com etilenoglicol e queimadas a 550 °C.

Para os difratogramas de Raios-X, adotar as seguintes legendas:

- N amostra seca a 60 °C;
- EG amostra tratada com etilenoglicol;
- Q amostra queimada a 550 °C;
- M montmorilonita;
- Q quartzo;
- I ilita;
- K caulinita;



**Figura 32:** Difratogramas da Amostra 1 seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.



**Figura 33:** Difratogramas da Amostra 2 seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.



**Figura 34:** Difratogramas da Amostra 3 seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.

A figura 35 apresenta os difratogramas da amostra 4 seca a 60°C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.

Através do difratograma da amostra 4, foi possível identificar ilita, caulinita e montmorilonita (M) como os principais argilominerais presentes, também foi possível identificar quartzo.

O tratamento com etilenoglicol causou alteração nos picos, comprovando que houve alteração no espaçamento basal, propriedade dos argilominerais expansivos.

A queima a 550 °C acarretou na destruição da caulinita, ficando apenas a sobreposição de picos característicos da ilita e do quartzo.

Outra alteração observada, após a queima, foi a transformação da estrutura da montmoriloninta em uma próxima à da mica muscovita, isto ocorre devido à expulsão da água interlamelar, por secagem em temperaturas entre 200 °C e 300 °C, comprovado na análise térmica, e em conjunto com a presença de potássio, confirmado através da análise química (SOUZA SANTOS, 1975).



**Figura 35:** Difratogramas da Amostra 4 seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.

A figura 37 apresenta os difratogramas da amostra BET seca a 60°C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.

Através do difratograma da amostra BET, foi possível identificar montmorilonita como o principal argilomineral presente, também foi possível identificar quartzo.

O tratamento com etilenoglicol causou alteração nos picos, comprovando que houve alteração no espaçamento basal, esta propriedade é vista nos argilominerais expansivos e reflete os picos do mineral esmectito.

A queima a 550 °C acarretou na alteração da estrutura da montmorilonita e o surgimento de um novo pico característico da mica muscovita (SOUZA SANTOS, 1975).


**Figura 36:** Difratogramas da Amostra 5 seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.



**Figura 37:** Difratogramas da Amostra BET seca a 60 °C, tratada com etilenoglicol e queimada a 550 °C.

#### 4.6 ANÁLISE TÉRMICA

As figuras 38 e 39 mostram as curvas das análises termogravimétricas (ATG) e termodiferenciais (ATD) das amostras 1, 2, 3 e 5.

Através das curvas das análises térmicas foi possível observar as seguintes transformações térmicas:



Figura 38: Análise termogravimétrica das amostras 1, 2, 3 e 5.

Quatro amostras (1, 2, 3 e 5) apresentaram uma banda endotérmica entre 30 °C e 170 °C característica da perda de água livre, a segunda banda endotérmica entre 220 °C e 300 °C ocorre, provavelmente, devido à remoção da água intercalada entre as camadas do argilomineral montimorilonítico e a terceira banda endotérmica, entre 325 °C e 600 °C, é causada pela perda de hidroxilas estruturais.

A figura 40 apresenta as curvas das análises termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD) da amostra 4.



Figura 40: Termograma da Amostra 4, argila mosqueada - rio Ariaú.

500

Temperatura (°C)

600

700

8Ò0

400

300

75

70 0

100

200

Através da curva termogravimétrica, pode-se observar que a perda de água livre representou uma variação entre 4,82% (amostra 1) e 7,12% (amostra 3) em perda de massa até a temperatura de 300 °C, enquanto o intervalo entre 300 °C e 700 °C ocorreu perda entre 8,76% (amostra 2) e 10,40% (amostra 3),

0.2

<mark>- + -0.1</mark> 1000

900

Universal V4.7A TA Instruments

correspondente à perda de hidroxilas. A perda de massa total para as amostras 1, 2, 3 e 5 foi 15,42%, 14,79%, 17,96% e 14,7%, respectivamente.

A amostra 4 apresentou uma banda endotérmica entre 35 °C e 145 °C característico da perda de água livre, a segunda banda endotérmica entre 230 °C e 295 °C ocorre, provavelmente, devido à remoção da água intercalada entre as camadas do argilomineral montimorilonítico e a última banda endotérmica entre 375 °C e 550 °C é causada pela perda de hidroxilas estruturais.

Através da curva termogravimétrica, pode-se observar que a perda de água livre representou 7,12% em perda de massa até uma temperatura de 300 °C, enquanto no intervalo entre 300 °C e 700 °C a perda de massa foi de 6,98%, correspondente à perda de hidroxilas. A perda de massa total para a amostra 4 foi de 14,35%.

A figura 41 apresenta as curvas das análises termogravimétrica (ATG) e termodiferencial (ATD) da amostra BET.



Figura 41: Termograma da Amostra BET, argila industrializada.

A amostra BET apresentou uma banda endotérmica entre 30 °C e 130 °C, característica da perda de água livre, a segunda banda endotérmica entre 230 °C e 295 °C ocorre, provavelmente, devido à remoção da água intercalada entre as

camadas do argilomineral montimorilonítico e a última banda endotérmica entre 400 °C e 600 °C é causada pela perda de hidroxilas estruturais.

Através da curva termogravimétrica, pode-se observar que a perda de água livre representou 8,28% em perda de massa até uma temperatura de 300 °C, enquanto no intervalo entre 300 °C e 700 °C a perda de massa foi de 4,48%, correspondente à perda de hidroxilas. A perda de massa total para a amostra BET foi de 13,01%.

Analisando os gráficos em conjunto é possível verificar que todas as amostras apresentaram três picos endotérmicos: o primeiro relacionado à perda de água livre, o segundo devido à perda de água entre as camadas do argilomineral montimorilonítico e o terceiro característico da presença das hidroxilas em argilas ricas em ferro, o teor elevado de  $Fe_2O_3$  foi confirmado na análise química.

Não foi possível identificar através destas curvas a banda exotérmica que normalmente se refere à destruição da estrutura da montmorilonita.

A amostra industrializada (A-BET) apresentou uma perda de massa superior no primeiro pico endotérmico, referente à perda de água livre, e o pico relacionado à perda de hidroxilas foi inferior. Estes resultados podem estar relacionados aos tratamentos recebidos durante o processo de industrialização e a composição química que mostrou resultados diferenciados das demais amostras.

No entanto, a amostra A-4, que passou pelos mesmos processos de destorroamento e secagem que as demais amostras naturais, foi a que mais se aproximou dos resultados da amostra industrializada, mesmo apresentando composição química diferente.

#### 4.7 CAPACIDADE DE TROCA DE CÁTIONS

Os valores das amostras 1, 2, 3 e 5 estão fora do padrão para argilominerais utilizados como fluido estabilizante em perfurações.

Porém, as argilas naturais não passaram por nenhum tipo de tratamento para remover contaminantes, podendo isto estar afetando sua capacidade de troca de cátions.

Coelho, Souza Santos e Santos (2007) afirmaram que a ativação ácida pode aumentar a área específica original de uma esmectita de 3 a 5 vezes. Segundo Doulia *et al.* (2009), a ativação ácida geralmente aumenta a área superficial e elimina impurezas no mineral, em consequência, aumenta a capacidade de troca de cátions, devido à maior área de interação.

A capacidade de troca de cátion (CTC) das amostras é apresentada na tabela 9 e seus resultados estão em meq/100g.

Amostra	CTC (meq/100g)
1	19,00
2	29,00
3	28,60
4	47,00
5	29,70
BET	76,00

Tabela 9: Valores obtidos de capacidade de troca de cátions (CTC) das amostras.

Dentre os resultados, a única amostra natural que obteve valores condizentes com argilominerais do grupo das esmectitas foi a A-4, apresentando 47,00 meq/100g.

A amostra BET apresentou valor padrão de CTC para argilas bentoníticas.

#### 4.8 ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA

A superfície específica (SE) das amostras é apresentada na tabela 10, e seus resultados estão em m²/g:

Amostra	SE (m²/g)
1	148,60
2	226,50
3	223,10
4	367,10
5	231,50
BET	593,00

Tabela 10: Valores da superfície específica (SE) das amostras.

Os resultados da superfície específica pelo método de adsorção de azul de metileno variaram de 148,60 m²/g, para a amostra 1, a 593,00 m²/g, para a amostra BET. Novamente, dentre as amostras naturais, a que obteve o melhor desempenho foi a A-4.

As amostras que obtiveram valores dentro do padrão para argilas bentoníticas foram a A-4 e A-BET.

#### 4.9 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO

A figura de 42 mostra os espectros de infravermelho das amostras 1, 2, 3 e 5 sobrepostos.

Observaram-se as seguintes bandas de absorções para as amostras 1, 2, 3 e 5: a 3697 cm<sup>-1</sup>, 3652 cm<sup>-1</sup>, 3621 cm<sup>-1</sup> e 3439 cm<sup>-1</sup> característica da presença de hidroxilas; a 1636 cm<sup>-1</sup> característica de água adsorvida; a 1033 cm<sup>-1</sup> característica da ligação Si-O-Si; e a 913 cm<sup>-1</sup>, 797 cm<sup>-1</sup> e 537 cm<sup>-1</sup> características das camadas octaédricas.



Figura 42: Espectros de infravermelho sobrepostos das amostras 1, 2, 3 e 5.





Observaram-se as seguintes bandas de absorções para a amostra 4: a 3698 cm<sup>-1</sup>, 3621 cm<sup>-1</sup> e 3440 cm<sup>-1</sup> característica da presença de hidroxilas; a 1633 cm<sup>-1</sup> característica de água adsorvida; a 1033 cm<sup>-1</sup> característica da ligação Si-O-Si; e a 913 cm<sup>-1</sup>, 797 cm<sup>-1</sup> e 533 cm<sup>-1</sup> características das camadas octaédricas. Como visto na figura 36.

Na figura 44 é possível observar as seguintes bandas de absorções para a amostra BET: a 3627 cm<sup>-1</sup> e 3443 cm<sup>-1</sup> característica da presença de hidroxilas; a 1639 cm<sup>-1</sup> característica de água adsorvida; a 1035 cm<sup>-1</sup> característica da ligação Si-O-Si; e a 916 cm<sup>-1</sup>, 798 cm<sup>-1</sup> e 524 cm<sup>-1</sup> características das camadas octaédricas.

Foi possível perceber em todas as amostras espectros semelhantes, apresentando absorções características de hidroxilas, água adsorvida, ligação Si-O-Si e das camadas octaédricas do argilomineral montmorilonita.



Figura 44: Espectros de infravermelho da Amostra BET, argila industrializada.

#### 4.10 AVALIAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO

A tabela 11 apresenta os resultados obtidos através dos estudos reológicos, viscosidade aparente (VA), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), volume de filtrado (VF) e forças géis inicial e final.

Percebe-se que nenhuma das argilas naturais foi capaz de conferir viscosidade adequada às polpas, obtendo resultados idênticos de VA, VP, LE e forças géis.

Com relação ao volume de filtrado onde todas as amostras naturais apresentaram valores variando de 180,7 a 340, o resultado menos significativo foi registrado para a A-2, quando o ensaio terminou com apenas onze minutos e meio, sendo o tempo estipulado pela especificação da Petrobras (1998) de trinta minutos.

É provável que este resultado tenha sido causado por esta ser a amostra com a granulometria mais fina, sendo assim, não foi capaz de vedar os poros do filtro e formar o bolo de lama (*mud cake*) para impedir a perda do fluido.

Já a que obteve o menor e, consequentemente, melhor resultado, dentre as argilas naturais, foi a A-4 (180,7 mL). Porém, ainda bem distante do máximo permitido por norma de 18 mL.

A argila industrializada atingiu valores de viscosidade aparente (22 cP) e plástica (6 cP) dentro do requerido por norma,  $\geq$  15 cP e  $\geq$  4 cP, respectivamente, de acordo com as especificações da Petrobras (1998).

Amostro	VA VP		LE VF		Força Gel Força Gel			
Amostra	(cP)	(cP)	(N/m²)	(mL)	Inicial	Final		
1	2	2	0	188,6	1	1		
2	2	2	0	340,0	1	1		
3	2	2	0	199,7	1	1		
4	2	2	0	180,7	1	1		
5	2	2	0	278,0	1	1		
BET	22	6	16	23,1	26	48		
Especificação N-2604 (Petrobras, 1998)	≥ 15	≥ 4	≤ 1,5 x VP	≤ 18				

**Tabela 11:** Propriedades reológicas, viscosidades aparente e plástica, limite de escoamento, volume de filtrado e forças géis inicial e final das dispersões de argilas naturais e da industrializada.

No entanto, os resultados de limite de escoamento (16 N/m<sup>2</sup>) e volume de filtrado (23,1 mL) não estão de acordo com o solicitado pela norma, onde o limite de escoamento não poderia ultrapassar 1,5 vezes o valor da viscosidade plástica e o volume de filtrado não deveria ser maior do que 18 mL.

Os resultados obtidos para as argilas naturais podem estar ocorrendo devido a alguns fatores, como: elevada concentração de impurezas, já que as argilas naturais não passaram por tratamentos para remover contaminantes; carga das lamelas; capacidade de cátions trocáveis, cujos valores obtidos foram abaixo dos aceitáveis para argilominerais do grupo das esmectitas; ambiente químico, principalmente relacionado aos valores de pH. Na tabela 12 estão dispostos os valores obtidos de pH das polpas naturais e da polpa industrializada.

Os resultados variaram de 4,57, para a amostra 3, a 9,88, para a amostra BET. A amostra 4 obteve, novamente, o melhor resultado entre as argilas naturais, com um valor de 6,32. Sendo o pH ideal para fluidos de perfuração entre 9 e 10.

A amostra 3 tem a maior quantidade de matéria orgânica e, consequentemente, maior quantidade de ácido húmico, isso explica o seu pH mais ácido que as demais amostras.

Amostra	рН
1	5,65
2	5,52
3	4,57
4	6,32
5	5,59
BET	9,88

 Tabela 12:
 Valores obtidos de pH das amostras.

Os tipos de águas que inundam as regiões de várzea e as formações geológicas pobres em nutrientes, podem ser fatores contribuintes para os baixos valores de pH encontrados nas polpas elaboradas com as amostras.

### 5 CONCLUSÕES

- i) Através da utilização apenas de ensaios padrões de caracterização dos solos não foi possível obter resultados apurados sobre a qualidade das argilas para sua utilização como bentonita. Logo, se fez necessário à realização de ensaios mais específicos como difração de Raios-X, fluorescência de Raios-X, análise térmica, capacidade de troca de cátions, espectroscopia de infravermelho, pH e um ensaio reológico.
- ii) As duas amostras, vermelha e mosqueada, da região de várzea do rio Negro (A-1 e A-2) e a amostra vermelha da região de várzea do rio Ariaú, não se mostraram adequadas para utilização em fluidos de perfuração. Apesar dos bons resultados iniciais de granulometria e limites de Atterberg, elas não apresentaram argilomineral pertencente ao grupo das esmectitas através da DRX, o que, provavelmente, afetou o seu desempenho nos outros ensaios.

A amostra A-2 era considerada uma das mais promissoras no início do trabalho por possuir a granulometria mais fina dentre todas, inclusive, menor do que a da amostra industrializada. Mas, esse ponto que era considerado positivo, na verdade se revelou um ponto negativo, pois, a argila para ser usada em um fluido de perfuração deve possuir granulometria uniforme e uma boa distribuição no tamanho das partículas.

Porém, possuir granulometria demasiadamente fina trás problemas na formação do filme impermeabilizante, como foi comprovado no ensaio do limite de escoamento, quando a amostra A-2 foi incapaz de formar o *Mud Cake.* 

Para amostra A-5 (vermelha, da região de várzea do rui Ariaú) os resultados foram próximos aos da A-1, apesar de apresentar vantagem na capacidade de troca de cátions. O ensaio de DRX não mostrou presença do argilomineral pertencente ao grupo das esmectitas e o rendimento nos demais ensaios foi abaixo do mínimo exigido por normas.

 iii) A argila da região de várzea do rio Amazonas (A-3), apresentou o argilomineral montmorilonita no ensaio de DRX. Porém, seus resultados não foram conclusivos, provavelmente causados por fatores como: alto nível de contaminantes, pH ácido, baixa capacidade de troca de cátions, entre outros.

- iv) Dentre as amostras naturais, a número 4 foi a que apresentou os melhores resultados, com valores adequados de capacidade de troca de cátions, área superficial, identificação de mineral do grupo das esmectitas e análises de termogravimetria e espectroscopia de Raios-X dentro dos padrões.
   Porém, nos testes de reologia todas as argilas naturais foram reprovadas, não sendo capazes de conferir viscosidade adequada ao fluido.
   Provavelmente, o principal fator que contribuiu para esses resultados na reologia foi o pH das amostras, que se apresentaram mais ácidos em relação aos considerados ideais pela bibliografia.
- v) A amostra industrializada (A-BET) obteve resultado dentro dos padrões em quase todos os ensaios, não atingindo valores adequados somente no teste de filtrado, onde alcançou resultado um pouco acima do permitido por norma.
- vi) Quando as argilas naturais utilizadas nesse trabalho são comparadas às utilizadas na indústria de beneficiamento para serem transformadas em argilas bentoníticas, a única amostra natural que atende os requisitos é a número 4, argila mosqueada da região de várzea do rio Ariaú.

## 6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros, recomenda-se:

A utilização de métodos para o tratamento das impurezas presentes nas amostras.

Correção do pH.

Ativação das argilas para obter melhor desempenho.

Avaliação do potencial Zeta.

A amostra indicada para novos estudos é a número quatro, encontrada na região de várzea do rio Ariaú. Entretanto, novas amostras podem ser localizadas e analisadas em conjunto.

#### **BIBLIOGRAFIA**

Alther, George R., The Effect of the exchangeable Cations on the Physico-Chemical Properties of Wyoming Bentonites. Applied Clay Science 1 (1986) 273-284.

Amorim, Luciana Viana, *Melhoria, Proteção e Recuperação da Reologia de Fluidos Hidroargilosos para Uso na Perfuração de Poços de Petróleo*, Tese de Doutorado - UFCG, Campina Grande, Paraíba, 2003. 326pp.

Amorim, Luciana Viana, Viana, Josiane Dantas, Farias, Kássie Vieira, Barbosa, Maria Ingrid Rocha & Ferreira, Heber Carlos, *Estudo Comparativo entre Variedades de Argilas Bentoníticas de Boa Vista, Paraíba.* Revista Matéria, v. 11, n. 1, (2006) 30 – 40.

Aranha, I. B., Oliveira C. H., Neumann R., Alcover Neto, A. & Luz, A. B. *Caracterização Mineralógica de Bentonitas Brasileiras*, Centro de Tecnologia Mineral (CETEM – MCT). Trabalho apresentado na XIX ENTMME – Recife, Pernambuco 2002.

ASME, Shale Shaker Committee. *Drilling Fluids Processing Handbook*. Oxford: Gulf Professional Publishing, Editora Elsevier, 2010. 650pp.

Baltar, C. A. M. & Luz, A. B. *Insumos Minerais para Perfuração de Poços de Petróleo*. Departamento de engenharia de minas – UFPE. Centro de Tecnologia Mineral – CETEM/MCT, 2003.

Benna, M., Kbir-Ariguib, N., Magnin, A. & Bergaya F., *Effect of pH on Rheological Properties of Purified Sodium Bentonite Suspensions*. Journal of Colloid and Interface Science 218 (1999) 442-455.

Burke, C. J. & Veil, J. A., *Synthetic-Based Drilling Fluids Have Many Environmental Pluses*, Oil & Gas Journal 27, 1995.

Caenn, Ryen, Darley, H. C. H. & Gray, George R., *Composition and Properties of Drilling and Completion Fluid.*, Sixth Edition, Gulf Professional Publishing is an imprint of Elsevier, Waltham, MA, USA, 2011. 661pp.

Campos, Liszandra Fernanda Araújo, *Composição de Argilas Bentoníticas para Utilização em Fluidos de Perfuração de Poços de Petróleo*, Tese de Doutorado, Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande – PB. 165pp

Carlson, Liisa, Bentonite Mineralogy. Part 1: Methods of Investigation – A Literatura Review. Part 2: Mineralogical Research of Selected Bentonites, Working Report, Olkiluoto, Finland, 2004. 108pp.

Churchman, G. Jock, Askary, Muhammad, Peter, Paul, Wright, Martin, Raven, Mark D. & Self, Peter G., *Geotechnical Properties Indicating Environmental Uses for an Unusual Australian Bentonite*. Applied Clay Science 20 (2002) 199-209.

Coelho, Antonio Carlos Vieira, Souza Santos, Pérsio de & Santos, Helena de Souza, *Argilas Especiais: Argilas Quimicamente Modificadas – Uma Revisão.* Química Nova, Volume 30, Número 5, (2007)1282-1294.

Coelho, José Mário & Cabral Junior, Marsis, *Estudo Prospectivo da Bentonita: Tendências de Mercado*. Anais do II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste, Campina Grande – Paraíba, 2010.

DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral, 2014. Bentonita. Sumário Mineral. http://www.dnpm.gov.br.

Doulia, Danae, Leodopoulos, Ch., Gimouhopoulos, K. & Rigas, F., *Adsorption of Humic Acido n Acid-Activated Greek Bentonite*. Journal of Colloid and Interface Science 340 (2009) 131-141.

Goulding, M., Carvalho, M. Leal & Ferreira, E. G., *Rio Negro: Rich Life in Poor Water.* The Hague: SPB Academic Publishing, 1988. 200pp.

Gridi-Bennadji, F., Lecomte-Nana, G. L., Bonnet, J. –P. & Rossignol, S., *Rheological Properties of Montmorillonitic Clay Suspensions: Effect of Firing and Interlayer Cations.* Journal of the European Ceramic Society 32 (2012) 2809-2817.

Kahr, G. & Madsen, G. T., *Determonation of the Cation Exchange Capacity and the Surface Area of Bentonite, Illite and Kaolinite by Methylene Blue Adsorption.* Applied Clay Science 9 (1995) 327-336.

Karagüzel, C., Cetinel, T., Boylu, F., Cinku, K. & Celik, M.S., Activation of (*Na, Ca*)-Bentonites with Soda and MgO and their utilization as Drilling Mud. Applied Clay Science 48 (2010) 398–404.

Kelessidis, Vassilios C., Tsamantaki, Christina & Dalamarinis, Panayiotis, Effect of pH and Electrolyte on the Rheology of Aqueous Wyoming Bentonite Dispersions. Applied Clay Science 38 (2007) 86-96.

Luz, Adão Benvindo da & Lins, Fernando Antonio Freitas, *Rochas & Minerais Industriais: Usos e Especificações*. Centro de Tecnologia Mineral. Ministério da Ciência e Tecnologia – CETEM/MCT, 2008. 989pp.

Madejová, J., *FTIR Techniques in Clay Mineral Studies*. Vibrational Spectroscopy 31 (2003) 1-10.

Melo, Klismeryane Costa, *Avaliação e Modelagem Reológica de Fluidos de Perfuração Base Água*. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2008. 100pp.

Menezes, R. R., Souto, P. M., Santana, L. N. L., Neves, G. A., Kiminami, R. H. G. A. & Ferreira, H. C., *Argilas Bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: Caracterização Física-mineralógica.* Cerâmica v. 55 (2009) 163-169.

Moraes, D. S., Angélica, R. S., Costa, C. E. F., Rocha Filho, G. N. & Zamian, J. R., *Mineralogy and Chemistry of a New Bentonite Occurrence in the Eastern Amazon Region, Northen Brazil.* Applied Clay Science 48 (2010) 475-480.

Nogueira, João Baptista, *Mecânica dos Solos: Ensaios de Laboratório*, São Carlos, EESC-USP, 2001.

Norma ABNT. Grãos de solos que passam na peneira de 4,8mm – Determinação da massa específica. NBR 6508-84. Rio de Janeiro, 1984.

Norma ABNT. Rochas e Solos - NBR 6502-95. Rio de Janeiro, 1995.

Norma ABNT. Solo – Análise Granulométrica. NBR 7181-84. Rio de Janeiro, 1984.

Norma ABNT. Solo - Determinação do limite de liquidez. NBR 6459-84. Rio de Janeiro, 1984.

Paiva, L. B., Morales, A. R. & Díaz, F. R. V., Argilas Organofílicas: Características, Metodologias de Preparação, Compostos de Intercalação e Técnicas de Caracterização. Cerâmica v. 54 (2008) 213-226.

Paz, S. P. A., Angélica, R. S., Neves, R. F., Neumann, R. & Costa, G. M., Ocorrência de uma Nova Bentonita Brasileira nos Basaltos Intemperizados da Formação Mosquito, Bacia do Parnaíba, Sul do Maranhão. Cerâmica 57 (2011) 444-452. Pereira, Eugênio. *Aspectos Práticos Importantes dos Fluidos de Perfuração Modernos*. Trabalho apresentado no X Congresso Brasileiro de Águas Subterrâneas, 1998. 15pp.

Petrobras, Viscosificante para Fluido de Perfuração Base de Água na Exploração e Produção de Petróleo, Especificação, N-2604, 1998.

Petrobras, Viscosificante para Fluido de Perfuração Base de Água na Exploração e Produção de Petróleo, Método, N-2605, 1998a.

Riley, Charles M., *Relation of Chemical Properties to the Bloating of Clays,* Journal of The American Ceramic Society, (1951) Vol 34, N<sup>o</sup> 4, 121-128.

Santos, Eliana Fernandes dos, *Estudo Comparativo de Diferentes Sistemas de Classificações Geotécnicas Aplicadas aos Solos Tropicais,* Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006. 145pp.

Santos, G. M. & Ferreira, E. J. G., *Peixes da bacia Amazônica.* In: Lowe-McConnell, R. H. *Estudos Ecológicos de Comunidades de Peixes Tropicais.* Tradução de Anna Emília A. M. Vazzoler, Angelo Antonio Agostinho & Patrícia T. M. Cunningham. São Paulo: EDUSP, 1999, 345-354.

Scapin, Marcos Antonio, *Aplicação da Difração e Fluorescência de Raios-X* (*WDXRF*): Ensaios em Argilominerais. Dissertação de Mestrado – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo. São Paulo, 2003. 80pp.

Shiroma, Priscila Hirome, *Estudo do Comportamento Reológico de Suspensões Aquosas de Bentonita e CMC: Influência da Concentração do NaCL,* Dissertação de Mestrado – USP, São Paulo, 2012. 130pp.

Silva, A. R. V. & Ferreira, H. C., *Argilas Bentoníticas: Conceitos, Estruturas, Propriedades, Usos Industriais, Reservas, Produção e Produtores/Fornecedores Nacionais e Internacionais,* UFCG, Centro de Ciência e Tecnologia, Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.3.2 (2008) 26-35.

Silva, Adriana Almeida, *Contribuição ao Estudo das Bentonitas do Município de Boa Vista Estado da Paraíba,* Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, Escola Politécnica. São Paulo – SP, 2011. 282pp.

Soares, Emílio Alberto Amaral, *Depósitos Pleistocenos da Região de Confluência dos Rios Negro e Solimões,* Tese de Doutorado, Programa de Pós—Graduação em Geologia Sedimentar, Universidade de São Paulo, Instituto de Geociências. São Paulo – SP, 2007. 188pp.

Souto, Flávio Augusto França, *Avaliação das Características Físicas, Químicas e Mineralógicas da Matéria-Prima Utilizada na Indústria de Cerâmica Vermelha nos Municípios de Macapé e Santana-AP,* Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Pará, Instituto de Geociências. Belém-PA, 2009. 103pp.

Souza Santos, Pérsio de, *Ciência e Tecnologia de Argilas*, Editora Edgard Blücher, vol. 1-2, São Paulo, 1975. 340 pp, 802 pp.

Thomas, J. E. et al. *Fundamentos da Engenharia de Petróleo,* 2ª Ed. Rio de Janeiro: Editora: Interciências, 2004.

Wang, Cheng-Cai, Juang, Lain-Chuen, Lee, Chung-Kung, Hsu, Ting-Chu, Lee, Jiunn-Fwu & Chao, Huan-Ping, *Effects of Exchanged Surfactant Cations on the pore Structure and Adsorption Characteristics of Montmorillonite*. Journal of Colloid and Interface Science 280 (2004) 27-35.

Yener, Nilgün, Biçer, Cengiz, Önal Müserref & Sarikaya, Yüksel, Simultaneous Determination of Cation Exchange Capacity and Surface Area of Acid Activated Bentonite Powders by Methylene Blue Sorption. Applied Surface Science 258 (2012) 2534-2539.

Yildiz, A. & Kuscu, M., *Mineralogy, Chemistry and Physical Properties of Bentonites from Basören, Kütahya, W Anatolia, Turkey.* Clay Minerals, (2007) 42, 399-414.

Yildiz, N., Sarikaya, Y. & Çalimli, A., *The Effect of the Electrolyte Concentration and pH on the Rheological Properties of the Original and the Na2CO3* – *Activated Kütahya Bentonite*. Applied Clay Science 14 (1999) 319-327.

Yukselen, Yeliz & Kaya Abidin, Suitability of the Methylene Blue Test for Surface Area, Cation Exchange Capacity and Swell Potential Determination of Clayey Soils. Engineering Geology 102 (2008) 38-45. ANEXO 1 – TABELAS DE CLASSIFICAÇÃO DOS SOLOS

Critéries none Fetabalacer Símbolas de Crumes e Nemes de Crumes Heande Francise de Labourtérie A				Classificação do Solo			
Criterios para Es	tabelecer Simbolos de	e Grupos e Nomes de Grup	os Usando Ensalos de Laboratorio"	Grupo	Nome do Grupo <sup>8</sup>		
Solos de	Pedregulhos	Pedregulhos limpos	$Cu \geq 4$ e 1 $\leq Cc \leq 3$ $^{\it E}$	GW	Pedregulho bem graduado F		
granulometria grossa	mais que 50%	Menos que 5 % de finos $^{\scriptscriptstyle C}$	Cu < 4 e/ou 1 > Cc > 3 <sup>E</sup>	GP	Pedregulho mal graduado <sup>F</sup>		
mais de 50 %	da fração grossa	Pedregulhos com finos	Finos classificam-se como ML ou MH	GM	Pedregulho siltoso F, G, H		
do solo retido	retida na peneira nº 4	Mais que 12 % de finos $^{c}$	Finos classificam-se como CL ou CH	GC	Pedregulho argiloso F, G, H		
na peneira nº 200	Areias	Areias limpas	$Cu \geq 6 ~e~1 \leq Cc \leq 3^{~\textit{E}}$	SW	Areia bem graduada		
	50 % ou mais	Menos de 5 % de finos $^{\scriptscriptstyle D}$	Cu < 6 e/ou 1 > Cc > 3 <sup>E</sup>	SP	Areia mal graduada		
da fração grossa Areias com finos F passa na peneira nº 4 Mais de 12 % de finos <sup>D</sup> F		Areias com finos	Finos classificam-se como ML ou MH	SM	Areia siltosa G, H, I		
		Finos classificam-se como CL ou CH	SC	Areia argilosa G, H, I			
Solos de	Siltes e argilas	Inorgânicos	IP > 7 e sobre ou acima da linha "A"	CL	Argila pouco plástica K, L, M		
granulometria fina	Limite de liquidez	morganicos	IP < 4 e abaixo da linha "A"	ML	Silte		
50 % do solo	menor que 50	Orgânicos	LL-seco em estufa < 0,75		Argila orgânica K, L, M		
ou mais passa		organicos	LL-não seco em estufa	OL	Silte orgânico K, L, M, O		
na peneira nº 200	Limite de liquidez	Inorgânicos	IP sobre ou acima da linha "A"	CH	Argila muito plástica K, L, M		
	maior ou igual a 50	morganicos	IP abaixo da linha "A"	MH	Silte elástico K, L, M		
		Orgânicos	LL-seco em estufa	OH	Argila orgânica <sup>K, L, M, P</sup>		
		Organicos	LL-não seco em estufa		Silte orgânico K, L, M, Q		
Solos altamente orgânicos	altamente Principalmente matéria orgânica, escura na cor e com odor orgânico				Turfa		

Tabela de classificação dos solos segundo a U.S.C.S. (ASTM, 1990).

Classificação Geral	Materiais Granulares 35 % (ou menos) passando pela peneira N.º200					Materiais Silto - Argilosos Mais de 35 % passando pela peneira N.º200					
Classificação											A - 7
em		A - 1	A - 3		А	- 2		A - 4	A - 5	A - 6	A - 7 - 5
grupos											A - 7 - 6
	A - 1 - A	A - 1 - B		A - 2 - 4	A - 2 - 5	A - 2 - 6	A - 2 - 7				
Granulometria - % passante:											
Peneira N.º 10	50 máx.										
Peneira N.º 40	30 máx.	30 máx.	51 mín.								
Peneira N.º 200	15 máx.	25 máx.	10 máx.	35 máx.	35 máx.	35 máx.	35 máx.	36 mín.	36 mín.	36 mín.	36 mín.
Características da fração passando na peneira N.º40:											
Limite de Liquidez				40 máx.	41 mín.	40 máx.	41 mín.	40 máx.	<mark>41 mí</mark> n.	40 máx.	41 mín.
Índice de Plasticidade	6 máx.	6 máx.	N.P.	10 máx.	10 máx.	11 mín.	11 mín.	10 máx.	10 máx.	11 mín.	11 mín.*
Índice de Grupo	0	0	0	0	0	4 máx.	4 máx.	8 máx.	12 máx.	16 máx.	20 máx.
Materiais Constituintes	Fragmentos de pedra, pedregulho fino e areia			Pedregulhos ou areias siltosos ou argilosos			Solos S Siltosos Arg		los osos		
Comportamento como Subleito	Excelente a bom				Sofrível a mau						

Tabela de classificação dos solos segundo a HRB (Manual do DNER, 1996).

\*O IP do grupo A - 7 - 5 é igual ou menor do que o LL menos 30.

# ANEXO 2 – GRÁFICO DAS CURVAS DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS

As figuras de 45 a 49 mostram as curvas de distribuição de tamanho de partícula da fração total das amostras.



**Figura 45:** Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração total da Amostra 1, argila vermelha – rio Negro.



**Figura 46:** Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração total da Amostra 2, argila mosqueada – rio Negro.



Figura 47: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração total da Amostra 3, argila cinza – rio Amazonas.



Figura 48: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração total da Amostra 4, argila mosqueada - rio Ariaú.



Figura 49: Curva de distribuição de tamanho de partícula da fração total da Amostra 5, argila vermelha - rio Ariaú.