

UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
CURSO DE MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ESTUDO DE ALGUMAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS E TEORES DE CAR  
BONATO E BICARBONATO APÓS CURA EM CÂMARA ÚMIDA E AUTOCLA  
VE DE TRÊS ARGILAS ESMECTÍTICAS TRATADAS COM CARBONATO DE  
SÓDIO DA LOCALIDADE DE BRAVO, DISTRITO DE BOA VISTA, MUNI  
CÍPIO DE CAMPINA GRANDE, PARAÍBA

ROSEMARY RIBEIRO RAMOS

Campina Grande - Paraíba  
dezembro de 1985

ROSEMARY RIBEIRO RAMOS

ESTUDO DE ALGUMAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS E TEORES DE CARBO  
NATATO E BICARBONATO APÓS CURA EM CÂMARA ÚMIDA E AUTOCLAVE  
DE TRÊS ARGILAS ESMECTÍTICAS TRATADAS COM CARBONATO DE SÓDIO  
DA LOCALIDADE DE BRAVO, DISTRITO DE BOA VISTA, MUNICÍPIO DE  
CAMPINA GRANDE, PARAÍBA

Dissertação apresentada ao Curso de  
Mestrado em Engenharia Química da  
Universidade Federal da Paraíba, em  
cumprimento às exigências para ob  
tenção do Grau de Mestre

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Tecnologia dos Materiais Não-Metálicos

PROFESSOR ORIENTADOR: Heber Carlos Ferreira

CAMPINA GRANDE

1985

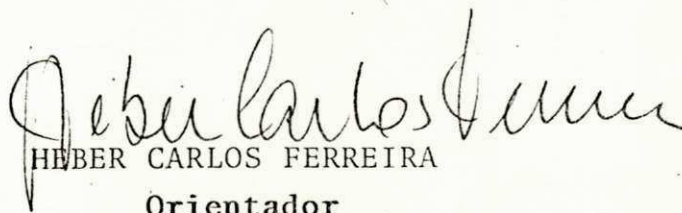
DIGITALIZAÇÃO:


SISTEMOTECA - UFCG

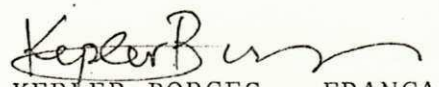
ESTUDO DE ALGUMAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS E TEORES DE CARBO  
NATO E BICARBONATO APÓS CURA EM CÂMARA ÚMIDA E AUTOCLAVE  
DE TRÊS ARGILAS ESMECTÍTICAS TRATADAS COM CARBONATO DE SÓ  
DIO DA LOCALIDADE DE BRAVO, DISTRITO DE BOA VISTA, MUNICÍPIO  
DE CAMPINA GRANDE, PARAÍBA

ROSEMARY RIBEIRO RAMOS

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 27.12.85

  
HEBER CARLOS FERREIRA  
Orientador

  
MICHEL FRANÇOIS FOSSY  
Componente da Banca

  
KEPLER BORGES FRANÇA  
Componente da Banca

CAMPINA GRANDE  
DEZEMBRO- 1985

## DEDICATÓRIA

A Windsor que entendeu meu objetivo e, pacientemente ofereceu-me o braço amigo de esposo, ajudando-me a subir cada grau, incentivando-me a cada hesitação.

A meus filhos: que meu esforço sirva-lhes de lição e de incentivo na conquista difícil de um lugar condigno na vida secular.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, o meu Deus que me ajudou a chegar até aqui. Sem ele nada teria sido possível.

Ao Prof. Heber Carlos Ferreira, por todo empenho e de dicação que teve na orientação deste trabalho.

À Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, na pessoa do Prof. Michel François Fossy, pela con tribuição desta dissertação.

Ao Laboratório de Solos I, do Departamento de Engenharia Civil na pessoa do Prof. Francisco Barbosa de Lucena.

À Professora Dra. Helena de Souza Santos do Laboratório de Microscopia Eletrônica, Departamento de Física Experimental do Instituto de Física da Universidade de São Paulo pelas micrografias eletrônicas.

Ao Prof. Luís Pereira de Brito da Universidade Federal do Rio Grande do Norte pela colaboração na determinação da área específica pelo método de Blaine.

À Professora Leônia Leão que não poupou esforço para me transmitir entusiasmo e sabedoria na correção deste trabalho.

À Companhia Vale do Rio Doce pela colaboração na deter minação da área específica pelo método de Fisher.

Ao Laboratório de Análises Mineraias na pessoa do Prof. Lélío Joffily pela colaboração no ensaio de análise química.

À PRAI e CNPq, pela oportunidade da bolsa concedida, sem a qual não seria possível a realização deste trabalho.

À secretária do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química - Maria José Bezerra Cavalcanti pelos trabalhos de datilografia.

Ao desenhista Windsor Ramos da Silva, pela execução das figuras que ilustram o texto.

Aos familiares e amigos que, de uma maneira ou de outra, mantiveram fê inabalável em meu sucesso, consagro um percentual desse êxito.

Enfim aos colegas que, junto comigo palmilhamos a difícil escalada do mestrado, minha imperecível lembrança e cordial agradecimento.

## RESUMO

Este trabalho de laboratório procurou dar continuidade a uma série de pesquisas que, com o decorrer do tempo, vem se desenvolvendo com as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida da localidade de Bravo, Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Paraíba, visando o estudo dos efeitos de tratamento de cura\* em algumas propriedades reológicas dessas argilas para uso como fluidos tixotrópicos na perfuração de poços de Petróleo. De início foram feitos os ensaios de caracterização mineralógica. Posteriormente foi feita uma análise das propriedades tecnológicas verificadas através da determinação das viscosidades aparente e plástica e do volume do filtrado nas argilas em sua forma natural. Em seguida, foram observadas as propriedades reológicas nas argilas tratadas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100g de argila seca sem tratamento de cura. Os processos de tratamento de cura foram realizados com o auxílio de uma câmara úmida e autoclave, mantendo-se constante a concentração de carbonato de sódio e umidade relativa, e, variando-se a temperatura e o tempo. Em todas as condições estudadas foi verificado o efeito da diálise e o

---

\* Entende-se por cura, submeter um material a um conjunto de condições especificadas, visando a melhoria de suas propriedades, através de sua estabilização física ou química ou físico-química.

efeito da diálise com uso de  $\text{CO}_2$ . O uso da diálise, visa eliminar os compostos solúveis ou parcialmente solúveis de cálcio e magnésio, formados pela reação química de dupla troca por ocasião de tratamento com o composto de sódio (montmorilonita  $(\text{Mg}, \text{Ca}, \text{Na}, \text{K}, \text{H}) + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{montmorilonita} (\text{Na}) + \text{MgCO}_3 + \text{CaCO}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{CO}_3$ ) que se pode dissolver na dispersão aquosa da argila, prejudicando as propriedades coloidais da montmorilonita, principalmente a viscosidade plástica. O uso do  $\text{CO}_2$  tem a finalidade de observar até que ponto sua ação prejudica as propriedades reológicas das argilas em estudo.

Foram determinados, igualmente, teores de carbonatos e bicarbonatos existentes na suspensão a 6% de sólidos. Estes valores foram utilizados para explorar possíveis correlações com as viscosidades aparentes, plásticas e volume do filtrado, através da análise de regressões lineares simples e múltipla. Os resultados obtidos dos ensaios tecnológicos mostraram que as argilas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida após tratamento conveniente, apresentaram excelentes propriedades reológicas, possibilitando, assim, o uso dessas argilas como agentes tixotrópicos em fluidos para a perfuração rotativa de poços de Petróleo. O efeito da diálise, por sua vez, tem grande influência na melhoria das propriedades reológicas para o tratamento das argilas sem processo de cura e, após o processo de cura em câmara úmida e autoclavagem, onde as argilas são tratadas com solução de carbonato de sódio na proporção adequada\* após a autoclavagem; o uso do  $\text{CO}_2$  por sua vez, influencia bastante as propriedades reológicas,

---

\* Usualmente a proporção é de 100meq por 100g de argila seca.



que por serem solúveis, mostram tendência de flocular o sistema e conseqüentemente prejudicar as propriedades reológicas.

Com relação às correlações obtidas de validade limitada, tendo em vista o reduzido número de observações realizadas, foram obtidos coeficientes próximos de 1, mostrando que existe relação linear entre os teores de carbonatos, bicarbonatos e carbonatos mais bicarbonatos com as viscosidades aparentes e plásticas e volume do filtrado em algumas condições de cura.

## ABSTRACT

This work of laboratory aims continue a series of research work, which has been developing, using the smectites clays light green, red and mixed coloured from Bravo, District of Boa Vista, Campina Grande, Paraíba, with purpose to study the effects of treatment of cure\* in some rheological properties of these clays, keeping in mind its applicability as tixotropic fluids for perfuration of oil well. Inicially, the analysis of the rheological properties was done investing from the determination of the apparent plastic viscosites and filtrate volume in the clays under it natural form. The rheological properties of the clays were observed by the treatment of sodium carbonate at the proportion of 100meq per 100g of dry clay without treatment of cure. The processes of cure treatment were done in a humid chamber and autoclave keeping the concentration of sodium carbonate and relative humidity constant and changing the temperature and time. The dialysis effect was investigated with the use of CO<sub>2</sub> at all conditions studied. The use of dialysis process has the purpose to eliminate either soluble compounds or parcially soluble of calcium and magnesium compounds formed by double exchange chemical reaction by the treatment with sodium compounds (montmorilonite, Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>) + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> - montmorilonite (Na<sup>+</sup>) + MgCO<sub>3</sub> + CO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O + K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) that are able to be dissolved into clays aqueous dirpersion so this will spoil the colloid properties of the montmorilonite, mainly the plastic viscosite. The use of CO<sub>2</sub> has the objective to observe the maximun point that its action will damage rheological properties of the clays in this study. Carbonates and Bicarbonates existing in the 6% solids suspension were determined. These values were used to find correlation in filtrate volume and apparent and plastic viscosites by simple and multiple linear regression analysis.

---

\* Cure means to submet a material to a set of specified conditi to improve its properties by physical, chemical and physico-chemical stabilization.

The results obtained from technological tests showed that light green, red and mixed coloured clays, after the treatment, presented rheological properties adequate to be used in the perforation of oil wells. However, the effects of dialysis has considerable influence in the improvement of the rheological properties to the treatment of the clays without the cure process and after the cure process in chamber and autoclave where the clay are treated with sodium carbonate to adequate to proportion after autoclave process.; The use of  $\text{CO}_2$ , however, has considerable influence on the rheological properties, once it being soluble, presented the tendency to flocculate the system and consequently to damage the rheological properties.

With relation to correlations obtained showing to be of limited validity, even to the reduced number of observations taken; so were obtained correlations coefficients approximately one taking that there exists linear relation between amounts of carbonates and carbonates plus bicarbonates with apparent and plastic viscosities and the filtrate volume in some of the cure conditions.

## NOTAÇÃO, NOMENCLATURA E ABREVIações

U.R.	umidade relativa (%)
A.E.	área específica ( $m^2/g$ )
C.T.C.	capacidade de troca de cátions (meq/100g)
VA	viscosidade aparente (cP)
VP	viscosidade plástica (cP)
VF	volume do filtrado (ml)
T.A.	temperatura ambiente ( $^{\circ}C$ )
meq	miliequivalentes
g	gramas
x meq/100 de carbonato de sódio	= x meq de carbonato de sódio por 100g de argila seca
r	coeficiente de correlação linear simples
$\alpha$	nível de significância (%)
$R^2$	coeficiente de determinação múltiplo
F	significância global de regressão
y	variável dependente $CO_3^{2-}$ ou $HCO_3^-$ ou $CO_3^{2-} + HCO_3^-$
$x_1$	variável independente VA ou VP ou VF (na regressão linear simples)
$x_1$	variável independente VA ou VP (na regressão linear múltipla com duas variáveis)
$x_2$	variável independente VP ou VF (na regressão linear múltipla com duas variáveis)
$x_1$	variável independente VA (na regressão linear múltipla com duas variáveis)

- $x_1$       variável independente VA (na regressão linear múltipla com três variáveis)
- $x_2$       variável independente VP (na regressão linear múltipla com três variáveis)
- $x_3$       variável independente VF (na regressão linear múltipla com três variáveis)
- $a_s$       coeficiente angulares da reta
- $b$         interseção de  $y$

## INDICE

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVO.....	01
1.1. Introdução.....	01
1.2. Objetivo.....	04
CAPÍTULO 2 - REVISÃO DE LITERATURA.....	06
CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS.....	20
3.1. Materiais.....	20
3.1.1. Argilas esmectíticas.....	20
3.1.2. Carbonato de sódio.....	21
3.1.3. Água.....	21
3.2. Métodos.....	21
3.2.1. Preparação das amostras.....	21
3.2.2. Preparação da solução de carbonato de sódio.....	22
3.2.3. Métodos de ensaios de caracterização	22
3.2.4. Métodos de ensaios tecnológicos.....	23
CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	33
4.1. Ensaio de Caracterização.....	33
4.2. Ensaio tecnológico.....	41
4.2.1. Primeiro Processo.....	41
4.2.2. Segundo Processo.....	44
4.2.3. Terceiro Processo.....	61
4.2.4. Quarto Processo.....	100
4.2.5. Quinto Processo.....	141
4.2.6. Análise estatística.....	182

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES.....	216
CAPÍTULO 6 - SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS.....	222
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	224
APÊNDICES .....	234
APÊNDICE I - MÉTODO VOLUMÉTRICO COM TITULAÇÃO PELO ÁCIDO SULFÚRICO PARA A DETERMINAÇÃO DOS TEORES DE CARBONATO EM SOLOS.....	235

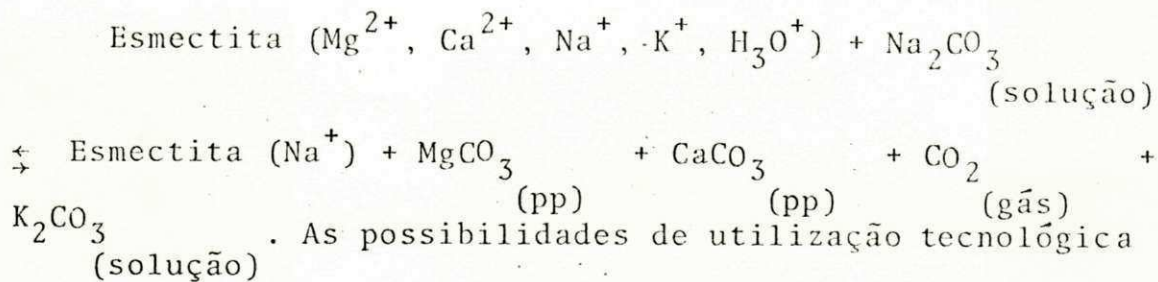
## CAPÍTULO 1

### 1.1 INTRODUÇÃO

A produção industrial de esmectitas no Brasil, para diversas finalidades, acha-se concentrada no Município de Campina Grande, nas minas de exploração nas localidades de Bravo, Lages e Juá, no Distrito de Boa Vista, Paraíba. O beneficiamento dessas argilas se tornou necessário devido à inexistência de jazida ou ocorrência de esmectita sódica típica, argila essa adequada para aplicação industrial. Essas argilas esmectíticas, antigamente chamadas grupo das montmorilonitas, são policatiônicas em seu estado natural. Atualmente três empresas respondem por sua mineração. Essa argila é beneficiada por outras sete empresas paraibanas, cuja produção em abril de 1982 era de aproximadamente 8.000.000 t. O processo de beneficiamento para obtenção de esmectitas sódicas a partir de esmectitas policatiônicas, utilizadas pelas indústrias produtoras, varia consideravelmente, resultando numa indesejável diversidade quanto às propriedades nos produtos do mercado. Nenhuma das argilas esmectíticas brasileiras estudadas até hoje é naturalmente sódica e, sim, policatiônica, tendo cálcio e o magnésio como cátions trocáveis. Para isso, a industrialização dessas argilas para uso como agente tixotrópico em fluidos para a perfuração de poços de petróleo, requer a presença de sódio como cátion predominante; e isto pode ser conseguido por meio de reação



química de dupla troca reversível, usando-se o carbonato de sódio.



dessas esmectitas foram estudadas por Souza Santos (1968) onde verificou que, através de processos químicos mediante conveniente adição de carbonato de sódio, essas argilas adquirem comportamento tecnológico muito próximo ao das bentonitas sódicas naturais, devido à possibilidade de transformar uma esmectita policatiônica natural em esmectita sódica, por reação química de troca de cátions, e, suas propriedades tecnológicas serem semelhantes às bentonitas sódicas quando formam geles tixotrópicos em suspensão aquosas com concentração de 6%.

A industrialização dessas argilas esmectíticas policatiônicas para uso como agente tixotrópico em fluidos para perfuração de poços de petróleo, requer a presença de sódio como cátion predominante.

Dependendo das concentrações das substâncias dissolvidas na região líquida que envolvem as partículas de argila, pode ocorrer precipitação dos sais insolúveis ou pouco solúveis no líquido, bem como a presença de cátions como  $\text{Mg}^{2+}$  e  $\text{Ca}^{2+}$  como bicarbonatos ácidos. Provavelmente são estes cátions que, a partir de determinada concentração, conduzem a dispersões muito floculadas (Prado et alii, 1980).

Em alguns casos porém, essas argilas policatiônicas

quando submetidas à troca por sódio, não fornecem geles tixotrópicos em dispersões aquosas a 6% nas condições especificadas pelas normas da Petrobrás (1968). Este comportamento e as propriedades do fluido dependem pois, da dimensão e da natureza das partículas; da quantidade de água e da natureza dos sais dissolvidos. Os elementos flocculantes podem estar presentes na argila na formação natural, como também resultar da adição de quantidades excessivas de carbonato de sódio ou de sais presentes em formações geológicas. O processo de troca de cátions sofre muitas interferências durante o processo industrial, devendo-se salientar as condições de secagem e cura das argilas quando do tratamento com carbonato de sódio. Atualmente, devido às preocupações com o problema da melhoria das propriedades reológicas dessas esmectitas, Ferreira e colaboradores (1981) vêm desenvolvendo constantes estudos através do uso de câmaras controladas com variações de parâmetros tais como: tempo; temperatura; umidade relativa e concentrações de carbonato de sódio, na tentativa de verificar quais os fatores que influenciam nas argilas esmectíticas, favorecendo suas propriedades reológicas. Souza Santos (1982) observou diferenças entre os resultados obtidos para características reológicas por pesquisadores de seu grupo e, resultados obtidos por Pádua e colaboradores. Como causa das diferenças de comportamentos reológicos, observou-se que, no caso das pesquisas desenvolvidas por Pádua e colaboradores, as amostras após tratadas com carbonato de sódio eram acondicionadas em sacos plásticos sem contato com o ar e, conseqüentemente do CO<sub>2</sub>.

Kiminami e Ferreira (1982) estudaram o efeito da temperatura, da umidade relativa, do tempo e da concentração de carbonato de sódio nas argilas esmectíticas de Bravo, Boa Vista, Campina Grande - Paraíba, através do uso do autoclave. Foi verificado que as amostras curadas em autoclave a 100% UR e temperatura de 110°C, 130°C e 150°C quando tratadas com 100 meq de carbonato de sódio por 100 g de argila seca por períodos de 15 min, 30 min, 60 min, 90 min e 120 min de cura, não apresentaram valores máximos para as propriedades reológicas. Devido às limitações do estudo das argilas esmectíticas, após a cura em autoclave e, visando as necessidades das indústrias beneficiadoras, surgiu a proposta de se estudar em diversos processos de tratamento de cura em autoclave, incluindo a diálise e o uso do CO<sub>2</sub> após a autoclavagem e, prever após beneficiamento o melhor processo de cura para cada uma das amostras em estudo, mediante respostas das viscosidades aparente e plástica e do volume do filtrado segundo condições especificadas pela Petrobrás (1968).

## 1.2 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é aprofundar o estudo das argilas esmectíticas após cura em autoclave, contribuindo para a otimização do processo de beneficiamento, visando sua utilização como agente tixotrópico para perfuração de poços de petróleo. Para tanto, estabeleceu-se o estudo dos efeitos dos parâmetros de temperatura e tempo, como também

os efeitos da diálise e a influência do uso do  $\text{CO}_2$  nas pro  
priedades de viscosidade aparente, viscosidade plástica e  
volume do filtrado das argilas esmectíticas de cor verde  
-clara, vermelha e do tipo sortida da localidade de Bravo  
Paraíba.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO DE LITERATURA

As consideráveis reservas de argila esmectítica existentes na Paraíba (apresentam entre as muitas aplicações tecnológicas uma das mais importantes) quando utilizadas na indústria de extração do petróleo na qualidade de agente tixotrópico em fluidos para perfuração de poços.

A suspensão ou fluido para perfuração de poços de petróleo foi usada pela primeira vez nos Estados Unidos em 1883 com a introdução de sondas rotativas. O sistema encontrou, inicialmente, dificuldades devido ao desequilíbrio de pressões entre o furo e as rochas que tendiam a desmoronar, obstruindo o poço.

A partir do sucesso alcançado por Lucas em 1901, no Texas, os técnicos em perfuração dirigiram sua atenção sobre as vantagens do uso da suspensão na sonda do tipo rotativa, com o preparo de um fluido por meio de agitação da mistura argila/água contribuindo, decisivamente, para superar os problemas surgidos sob as mais diversas condições de perfuração, a ponto de atingirem sondagens superiores a 6.000 m de profundidade.

Segundo Dematte (1980) este fluido para perfuração rotativa de poços de petróleo deve apresentar as seguintes características: a) oferecer viscosidade aparente apreciável

para manter em suspensão os detritos de perfuração durante o trabalho e, mesmo em interrupções; b) exercer pressão sobre a parede do furo para evitar seu desmoronamento e impedir trocas de água e gás no poço; c) lubrificar e esfriar a haste e a broca de perfuração; d) apresentar baixa resistência no início do movimento da haste, fluidificando-se rapidamente; e) não inundar a ocorrência de petróleo e não ser corrosiva; f) possuir viscosidade adequada ao fácil bombeamento; g) apresentar composição química e estrutura cristalina, de modo a se obter as características acima; e h) ser suscetível à ação de aditivos. É a argila dispersa que dá ao fluido de perfuração essas propriedades, resultando daí, a importância que apresenta a qualidade da argila para o condicionamento dos fluidos de perfuração.

O nome bentonita foi aplicado pela primeira vez por Knight em (1898) a uma argila plástica, coloidal encontrada em camadas cretáceas em Wyoming (E.E.U.U) que apresenta a propriedade específica e peculiar de aumentar várias vezes seu volume inicial, se umedecida com água (Spence, 1924) e formar geles tixotrópicos em meio aquoso em concentrações tão baixas como 2%.

Ross e Shanonn (1926) definiram "Bentonita" como rocha constituída, essencialmente, por argilomineral montmorilonítico (argilomineral pertencente ao grupo da esmectita) formado pela desvitrificação e subsequente alteração química de material vítreo, usualmente o tufo ou cinza vulcânica: A bentonita sódica de Wyoming é composta por - no mínimo - de 90% de montmorilonita ou esmectita e sua capacidade de troca de cátions é da ordem de 80 a 90 meq por 100g; tendo o sódio,

o cálcio e o magnésio como cátions trocáveis principais.

Industrialmente as bentonitas sódicas do tipo Wyoming e Dakota do Sul (EUA) são usadas como padrão e sua aplicação industrial está diretamente ligada à formação de geles tixotrópicos. Outro tipo é a bentonita cálcica, cujo padrão é aquela da região de Mississippi (EUA).

De modo geral, podem ser consideradas bentonitas, as argilas esmectíticas que tenham como argilomineral predominante, a montmorilonita propriamente dita, cuja fórmula teórica da cela unitária é:  $M^{+}_{0,67} (Al_{3,33} Mg_{0,67}) (Si_8)O_{20}(OH)_4$  e cujos cátions trocáveis sejam:  $Na^{+}$  (ou  $Li^{+}$ ) e  $Ca^{2+}$  para obtermos bentonitas sódicas (ou de lítio) e bentonitas cálcicas.

Smoot (1968) sugeriu, que apenas a argila esmectítica industrializada na forma sódica ou cálcica, seja denominada de bentonita e não qualquer argila esmectítica, como se faz indistintamente no Brasil.

A fórmula teórica do grupo da esmectita é:

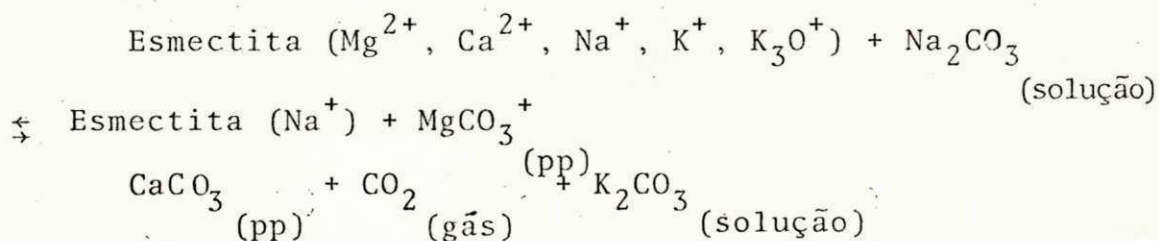
$Al_4Si_8O_{20}(OH)_4 n(H_2O)$  (n=água interlamelar) porém os argilominerais naturais sempre diferem dessa composição, devido às substituições isomórficas no retículo cristalino e nos cátions trocáveis.

A capacidade destas argilas adsorverem íons, tais como  $Na^{+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $H_3^{0+}$  é denominada de troca de cátions e a soma destes íons, adsorvidos por unidade de peso da argila é denominada de capacidade de troca de cátions (Grim, 1962). A espessura entre as camadas, ou interlamelar, varia com a natureza desse cátion, da quantidade de água disponível.

vel ou de outras moléculas polares.

Na prática industrial, dependendo do uso específico, as bentonitas são utilizadas em forma sódica, forma cálcica, ou forma ativada, após tratamento especial com ácidos clorídrico e sulfúrico. As bentonitas são usadas como fluidos tixotrópicos, como agentes ligantes, suspensores e emulsificantes (Souza Santos, 1975). As bentonitas cálcicas são usadas principalmente em fundição como agente aglomerante de areia de moldagem. As bentonitas ativadas por ácidos são usadas como agentes descorantes de óleos vegetais, minerais e animais.

As esmectitas sódicas são as de maior utilização industrial. Os usos industriais das argilas, dependem dos cátions trocáveis existentes, sendo necessária para utilização de fluidos de perfuração em poços de petróleo, a presença do sódio como cátion predominante; isso pode ser conseguido por meio de reação química de dupla troca, reversível, usando-se o carbonato de sódio.



Dependendo das concentrações das substâncias dissolvidas na região líquida que envolve as partículas de argila, pode ocorrer precipitação dos sais insolúveis (ou pouco solúveis) no líquido, bem como presença de cátions como  $\text{Mg}^{2+}$  e  $\text{Ca}^{2+}$  como bicarbonatos ácidos. Provavelmente são estes cátions que, a partir de determinada concentração, conduzem a dispersões muito floculadas (Prado et alii, 1980). Mesmo



observando - se que as lamas de perfuração são fluidos parcialmente floculados (Shaw 1975 e Van Olphem, 1975); podem ocorrer-entre outros-dois casos extremos de floculação com propriedades reológicas inadequadas ao uso na perfuração de poços de petróleo: o primeiro corresponde ao fluido floculado, onde a fluidez da lama é muito elevada, ou seja, as viscosidades aparente e plástica muito baixas, podendo-se obter uma camada de água sobre a camada de argila floculada no fundo do recipiente. Este é o caso específico das argilas com maior dificuldade à troca de cátions, durante a obtenção das esmectíticas sódicas. Algumas vezes, este tipo de floculação pode ser corrigido com o uso de métodos especiais de tratamento com carbonato sódio, pela diálise (Souza Santos, 1968, Zandonadi et alii, 1980) de forma a eliminar os elementos solúveis floculantes presentes na argila, em sua forma natural. O segundo tipo de floculação corresponde ao fluido floculado onde a fluidez da lama é muita baixa. As partículas floculam por meio de mecanismo aresta-fase, com formação de estrutura reticular contínua, que se estende por todo o volume disponível e, imobiliza o meio de dispersão. O sistema como um todo adquire o aspecto de semi-sólido (gel). Neste caso, a viscosidade aparente é muito elevada e a viscosidade plástica muito baixa. Este problema pode ser contornado pela adição de agente peptizante, como polifosfatos (Souza Santos, 1980). Os elementos floculantes podem estar presentes na argila em forma natural, mas também resultarem da adição de quantidades excessivas de carbonatos de sódio ou de sais presentes em formações geológicas.

No Brasil, usualmente, qualquer argila esmectítica sem

nenhuma consideração quanto à origem geológica ou à composição mineralógica, é considerada bentonita; porém, a Petrobrás considerou adequado tomar para dispersão aquosa como ponto de referência para a qualificação do produto acabado, a amostra que contenha 6% de bentonita sódica, tendo como padrão a bentonita sódica de Wyoming, e apresente viscosidade aparente mínima de 15,0 cP, viscosidade plástica mínima de 4 cP e o volume do filtrado máximo de 18ml. A viscosidade aparente é aquela encontrada nos fluidos pseudoplásticos. Nos viscosímetros rotacionais, seu valor é função da velocidade de rotação. Usualmente, determina-se a viscosidade aparente a 600 rpm para que se tenha regime turbulento similar ao existente nos dutos por onde circulam os fluidos de perfuração e possuem duas componentes: a viscosidade plástica e o limite de escoamento (Stefan, 1980). A viscosidade plástica é a parte da resistência ao escoamento, devido ao atrito entre as partículas e, depende da concentração dos sólidos, da forma e distribuição do tamanho das partículas e da viscosidade da fase dispersante. O volume do filtrado indica a perda de água do fluido e depende das propriedades coloidais da argila. Quanto maior a proporção da matéria coloidal, menor será a quantidade de água livre no sistema e, consequentemente menor será o filtrado após 30 min.

As argilas esmectíticas foram descobertas em 1960 por Dr. Antônio Pereira de Almeida e os primeiros estudos foram iniciados por Fleury da Rocha (1966) do DNPM. Em seguida, surgiram vários trabalhos, somando informações quanto à origem geológica (Caldasso, 1965, 1967; Pinto & Pimentel, 1968) à

composição mineralógica (Souza Santos, 1968; Souza Santos et alii 1980) e, métodos de ensaio (Stefan, 1966; Souza Santos, 1975). As possibilidades de utilização tecnológicas dessas esmectíticas foram estudadas por Souza Santos (1968) a partir da reação química de troca catiônica da argila, naturalmente policatiônica com adição de carbonato de sódio.

As argilas esmectíticas das localidades de Lages, Bravo e Juá, apresentam cores diferentes, o que levou vários pesquisadores a se preocuparem com o estudo da morfologia encontrada naquelas partículas. Com esse estudo verificou-se a homogeneidade morfológica com as amostras de Bravo, mas diferenças encontradas com as amostras de Lages e Juá. Na mina de Lages, apresenta-se com regularidade a argila de cor chocolate (clara e escura) e a verde-lodo. Na mina de Juá, observa-se maior quantidade das argilas de cor chocolate escura. A mina de Bravo (que é a maior de todas) proporciona maior diversificação de cores, predominando as que, no local, são designadas com o nome de bofe de cor marron (clara e escura) encontrando-se, também, as de cor verde (clara e escura) vermelha e chocolate (clara e escura). Os primeiros estudos realizados com essas argilas de cores diferentes, mostram que todas as ocorrências estudadas eram constituídas essencialmente por argilomineral esmectítico, e, que, algumas inchavam com água e davam 15,0 cP de viscosidade aparente a 6% de sólidos, enquanto outras não apresentavam inchaço, ficavam com viscosidade aparente entre 1,0 cP a 3,0 cP. Frente a estes resultados iniciais, surgiram dificuldades quanto à melhoria do produto final e, para explicar tal comportamento, foram propostas duas hipóteses: a primeira

seria de que a natureza e a proporção dos cátions presentes nas argilas estudadas, bloqueariam a troca pelo sódio, e a segunda explicação seria quanto à cinética diferente na troca dos cátions. Ambas foram testadas por Zandonadi (1970, 1971, 1974) e Cavazzoni (1974) mas os resultados não permitiram provocar tais hipóteses.

Souza Santos (1968) verificou o efeito da temperatura de secagem com solução de carbonato de sódio e, mostrou que a temperatura de 70°C reduzia apreciavelmente a viscosidade aparente, em comparação com a secagem a vácuo em temperatura ambiente (cerca de 25°C). A partir de então começaram a surgir preocupação por parte dos pesquisadores com respeito ao problema da secagem e/ou tratamento térmico antes da moagem das argilas esmectíticas policatiônicas brasileiras. Procurava-se, então, explicação para a não formação de gels tixotrópicos pelas argilas comprovadamente esmectíticas, após tratamento com carbonato de sódio, em dispersões aquosas de concentração da ordem de 6%. Foi aí que Zandonadi e Souza Santos (1972) estudaram dezoito processos diferentes de tratamento com carbonato de sódio, para transformar as esmectíticas policatiônicas naturais em esmectíticas sódicas e para verificar qual deles seria o mais indicado para obter propriedades de suspensão dentro das especificações da Petrobrás (1968). Os dois processos que deram os melhores resultados foram aqueles que a argila seca entre 20°C e 30°C e moída até passar por peneira ABNT nº 200 (0,074 mm) era tratada com carbonato de sódio em forma anidra ou em solução concentrada na proporção de 100 meq por 100 g de argila seca; depois a mistura homogeneizada era guardada em câmara

com 100% de umidade relativa durante uma semana.

Em 1977 Solano e colaboradores realizaram estudo para verificar o efeito da temperatura de secagem antes da troca com carbonato de sódio em três argilas esmectíticas polica*ti*ônicas brasileiras (uma de cor verde-lodo de Boa Vista, município de Campina Grande, Paraíba) em comparação com a esmectita naturalmete sódica, proveniente de Wyoming. A troca por sódio (solução concentrada de carbonato de sódio) para as esmectitas brasileiras, foi feita após secagem entre 30°C e 300°C. As propriedades reológicas sofreram alterações sensíveis na esmectita de Boa Vista, enquanto a esmectita naturalmente sódica de Wyoming não apresentou alterações significativas.

Ferreira e colaboradores (1979) mostraram que dentre quatro indústrias beneficiadoras do Estado da Paraíba, nenhuma delas atendia às especificações da Petrobrás. Estas especificações atualmente exigem que a viscosidade aparente seja de, no mínimo 15, o cP, a viscosidade plástica de, no mínimo 4,0 cP e volume do filtrado de, no máximo 18,0 ml.

Atualmente o estudo das argilas esmectíticas do distrito de Boa Vista-Pb tem sido extensivamente ampliado, tendo em vista a necessidade de maiores esclarecimentos no que se refere à processo de tratamento com a finalidade de se obter um estudo global da cinética de troca de cátions frente a diversos parâmetros, tais como: efeito da temperatura, da umidade relativa, do tempo e da concentração de carbonato de sódio.

Ferreira e colaboradores (1980) têm desenvolvido cons

tantas pesquisas no campo das argilas esmectíticas de Bravo, de cores diferentes, sendo submetida a um conjunto de diferentes condições de cura, visando à melhoria de suas propriedades, através de estabilização de troca catiônica por sódio.

Kiminami e Ferreira (1980) mostraram através de resultados parciais, a otimização das propriedades reológicas das argilas esmectíticas de cores verde-clara e vermelha do distrito de Boa Vista-Pb, por implementação do processo de cura em câmara climatizada com variações de parâmetro tais como: tempo, temperatura e umidade relativa; verificaram através do efeito das diversas condições de cura, a melhoria de suas propriedades reológicas, as quais apresentaram resultados favoráveis a sua aplicação em fluidos tixotrópicos.

Kiminami e Ferreira (1981-a) continuaram o estudo com as argilas esmectíticas do distrito de Boa Vista, visando a otimização das propriedades reológicas (viscosidade aparente, plástica e volume do filtrado) onde as argilas foram submetidas à cura em câmara climatizada e autoclave, após tratamento com carbonato de sódio e, verificaram que o efeito de temperatura na faixa de 40°C e 150°C juntamente com umidades relativas na faixa de 50% a 100% afetam as propriedades reológicas das argilas, elevando sua velocidade de troca de cátiões, ultrapassando o ponto ótimo e, conseqüentemente não satisfazendo às especificações da Petrobrás (1968).

Kiminami e Ferreira (1981)-b) estudaram o efeito de diversas condições de cura em câmara climatizada em diversas condições de temperatura e umidade relativa por período de 24 a 168h, e, em autoclave a 100% de UR e 110°C, 130°C e 150°C, por períodos de 15 a 120 min.. Nesse estudo não foram

alcançados os valores máximos para as propriedades reológicas. Posteriormente, os mesmos autores (1981-c) estudaram mais detalhadamente a cura em câmara climatizada de duas esmectitas de cores vermelha e verde-clara de Boa Vista em diferentes concentrações de carbonato de sódio, temperatura e umidade relativas por períodos inferiores a 24h; foi verificado comportamento diferente entre as amostras, embora em algumas condições de cura hajam atingido valores de propriedades reológicas superiores aos especificados pela Petrobrás (1968).

Frente aos resultados dessas pesquisas e das variações existentes nas propriedades reológicas de cada uma das esmectitas de cores diferentes, Ferreira e colaboradores (Kiminami e Ferreira - Parte 1, Parte 2, Parte 3, Parte 4; Barbosa et alii (1984); vêm desenvolvendo estudos por diversos processos de tratamento de cura, através do uso de câmaras úmida e climatizada em argilas esmectíticas de cores diferentes para possível aproveitamento como agente tixotrópico em fluidos para perfuração de poços de Petróleo.

Recentemente, Barbosa (1985) desenvolveu estudos em escala de laboratório com as argilas esmectíticas de cores verde-escura e Bofe do distrito de Boa Vista-Pb, por períodos de tempo de 1,5 a 3h e de 3 a 24h com intervalos de 3h, sem e/ou variando as concentrações de carbonato de sódio, temperatura e umidade relativas e, posteriormente curadas em câmaras úmida e climatizada. Também foi verificado o efeito da diálise e teores de carbonatos e bicarbonatos. Os resultados evidenciaram os efeitos dessas variáveis nas propriedades reológicas (viscosidade aparente, plástica e volume do filtrado)

tendo em vista sua aplicação em lamas tixotrópicas para perfuração em poços de petróleo.

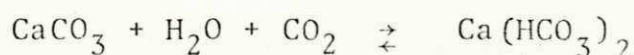
Após análise dos resultados foi verificado que a argila de cor verde-escura apresentou melhores resultados dentro das especificações da Petrobras (1968) quando convenientemente tratada, enquanto a argila esmectita do tipo bote, nas condições estudadas, não apresentou resultados favoráveis a seu uso em lamas tixotrópicas para perfuração de poços de petróleo.

Diante dos diversos estudos realizados com argilas esmectíticas, visando melhor aproveitamento industrial, surgem os estudos desenvolvidos por Pádua no Instituto Tecnológico de Pernambuco, através do Projeto Argila com apoio da Sudene. O Projeto Argila consistia em verificar a possibilidade de obtenção de esmectitas sódicas, a partir do tratamento de argilas dos Estados de Pernambuco, Paraíba e Rio Grande do Norte com solução concentrada de carbonato de sódio, seguindo-se, parcialmente, o processo 18 preconizado por Souza Santos e colaboradores (1972). A diferença mais importante refere-se ao condicionamento das amostras já tratadas com solução concentrada de carbonato de sódio em sacos plásticos de polietileno sem contato com o ar e conseqüentemente do  $\text{CO}_2$ . Como já foi dito, Souza Santos observou as diferenças após resultados obtidos por seu grupo, bem como pelos de Pádua, e, inicialmente atribuiu-se a diferença a ação do  $\text{CO}_2$  do ar.

O mecanismo de ação do  $\text{CO}_2$  dá-se de duas diferentes maneiras. A primeira seria que o  $\text{CO}_2$  do ar reage com água utilizada na dispersão, ocorrendo a formação de ácido carbônico



de acordo com a seguinte reação  $\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2\text{CO}_3$ . Esse ácido carbônico poderia alterar o pH da dispersão. A segunda delas ocorre pela reação do carbonato de cálcio formado, a partir da reação entre o carbonato de sódio e a argila, havendo a formação de bicarbonatos de cálcio que, sendo muito solúvel, iriam interferir nas propriedades reológicas da dispersão através da ação do cálcio que é um enérgico floculante. Neste caso, a ação de  $\text{CO}_2$  dá-se através da seguinte reação:



Com a finalidade de melhor esclarecer as dúvidas existentes, pretende-se, no decorrer deste trabalho, comparar os resultados obtidos através da técnica convencional (Processo 18) com os resultados em atmosferas ricas em  $\text{CO}_2$ .

De maneira resumida com relação à revisão bibliográfica efetuada, observaram-se os seguintes pontos.

1 - É possível transformar as argilas esmectíticas policatiônicas naturais em esmectitas sódicas, através do processo de tratamento com carbonato de sódio e se obter resultados favoráveis às especificações da Petrobrás (1968) quando essas argilas são convenientemente tratadas.

2 - A faixa de temperatura de secagem é considerada fator de grande importância no controle do comportamento das propriedades reológicas das argilas esmectíticas de Boa Vista-Paraíba, para uso em lamas tixotrópicas para perfuração de poços de Petróleo.

3 - As condições de cura possuem influência significativa nas propriedades reológicas das argilas para sua utilização.

zação em fluidos de perfuração de poços de Petróleo.

4 - Com a técnica de cura em câmara úmida é possível melhorar as propriedades reológicas das argilas esmectíticas de Boa Vista, Paraíba.

5 - Os estudos prévios de cura em autoclave nas argilas esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, não foram promissores para uso como fluido de perfuração de poços de petróleo, por não apresentarem resultados favoráveis em relação aos especificados pela Petrobrás (1968).

6 - A diálise é especialmente útil para remover sais solúveis nas dispersões coloidais, os quais prejudicam as propriedades reológicas.

7 - Existe alguma evidência de que o  $\text{CO}_2$  existente no ar, interfere nas propriedades reológicas de argilas esmectíticas policatiônicas tratadas com carbonato de sódio para obtenção das montmorilonitas sódicas, para uso como agente tixotrópico de fluido de perfuração.

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

O objetivo deste capítulo é apresentar os materiais e os métodos, os quais foram utilizados para identificar como esses materiais são caracterizados mineralogicamente e tecnologicamente.

#### 3.1 - Materiais

##### 3.1.1 - Argilas esmectíticas

Foram estudadas três amostras de argila esmectítica coletadas na Fazenda Bravo, de propriedade do Senhor Manoel Paulo de Almeida, no distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Pb e foram designadas de "Verde-Clara", "Vermelha" ( em virtude da cor que apresentam ) e sortida por ser uma mistura de várias amostras.

Estas amostras de argilas foram coletadas manualmente, sendo separadas, uma área para cada amostra e, retirados blocos a uma distância de 4m em 4m ao longo da área a ser explorada. Em seguida, essas amostras são homogeneizadas e separadas por quarteação; a fim de se obter amostragem representativa.

A amostra enviada para ensaios não pode ser inferior a 50 kg, devendo ser identificada a argila de cada camada com o nome característico e acondicionada em sacos resistentes e de malha fina para evitar qualquer contaminação.

### 3.1.2 - Carbonato de sódio

Foi utilizado o carbonato de sódio anidro. Reagente analítico A.C.S., Fabricado pela Química Indústrias Químicas S.A.

### 3.1.3 - Água

A água utilizada foi a destilada, resfriada à temperatura ambiente.

## 3.2 - Métodos

### 3.2.1 - Preparação das amostras

As três argilas esmectíticas foram submetidas à secagem ao ar, à temperatura ambiente ( $20^{\circ}\text{C}$  -  $30^{\circ}\text{C}$ ) até atingir a umidade em torno de 15%.

Nessa condição as amostras foram destorroadas em moíno de laboratório de marca Simpson até passar em peneira USS nº 200

(abertura de 0,074mm). As amostras foram guardadas em sacos plásticos até serem realizados os ensaios.

### 3.2.2 - Preparação da solução de carbonato de sódio

Foram pesados 200 g de carbonatos de sódio anidro e colocados em balão volumétrico de 1000 ml; a seguir, colocou-se água destilada, agitando-se até completa dissolução do carbonato de sódio. Finalmente completou-se o balão até a altura do menisco com água destilada, agitando-se até completa homogeneização. O carbonato de sódio é utilizado na forma de solução saturada na proporção de 100meq por 100 g de argila seca, sendo usado 5,5 ml da solução em 21 g de argila.

### 3.2.3 - Métodos de ensaios de caracterização

A caracterização mineralógica das três argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e sortida foi determinada através da análise química, da capacidade de troca de cátions, da microscopia eletrônica por transmissão e da área específica. A análise química foi realizada de acordo com o método descrito na referência (Anônimo, 1970). A capacidade de troca de cátions foi feita segundo o método de adsorção de azul de metileno (Chen et alii, 1974). A preparação das amostras e as técnicas de microscopia eletrônica encontra-se nas referências (Souza Santos, 1966 e 1975). O microscópio eletrônico de transmissão utilizado foi da marca

Siemens, Elmiskop 101. A área específica através do método de adsorção de azul de metileno foi obtido segundo o método descrito por Chen et alii (1974) mediante a seguinte fórmula:  $A.E(m^2/g) = C.T.C (meq/100g) \times 7,8043 (m^2/meq)$  onde 7,8043 é o fator de conversão. A área específica pelo método de Permeâmetro de Blaine foi obtida segundo método MB 348 da ABNT (1966). A área específica pelo método de Fisher foi obtida de acordo com a referência (Anônimo).

#### 3.2.4 - Métodos de ensaios tecnológicos

Os ensaios tecnológicos utilizados neste trabalho, consistiram em submeter as três argilas esmectíticas de cores diferentes, a diversos processos de tratamento de cura, para estudar os efeitos destes tratamentos nas viscosidades aparente e plástica e no volume do filtrado, com a finalidade de verificar se após terem sido alteradas as condições de cura tais como: tempo, temperatura, mantendo-se constante a concentração e umidade relativa, essas amostras desenvolveram argila esmectítica sódica artificial que apresente propriedades reológicas adequadas de um fluido para ser utilizado na perfuração de poços de petróleo.

Essas argilas foram submetidas a 5 processos de tratamentos de cura, começando pelos ensaios das amostras em sua forma natural policatiônica seguidas dos processos de cura em câmara úmida e autoclave da marca ELE. Todas as determinações deste trabalho, foram realizadas em amostras sem diá

lise, em amostras após serem submetidas por 7 dias à diálise, e em amostras após serem submetidas por 7 dias à diálise com uso de  $\text{CO}_2$ .

A seguir é apresentado o resumo dos 5 processos de tratamento de cura dessas argilas.

#### Primeiro processo (Fluxograma I)

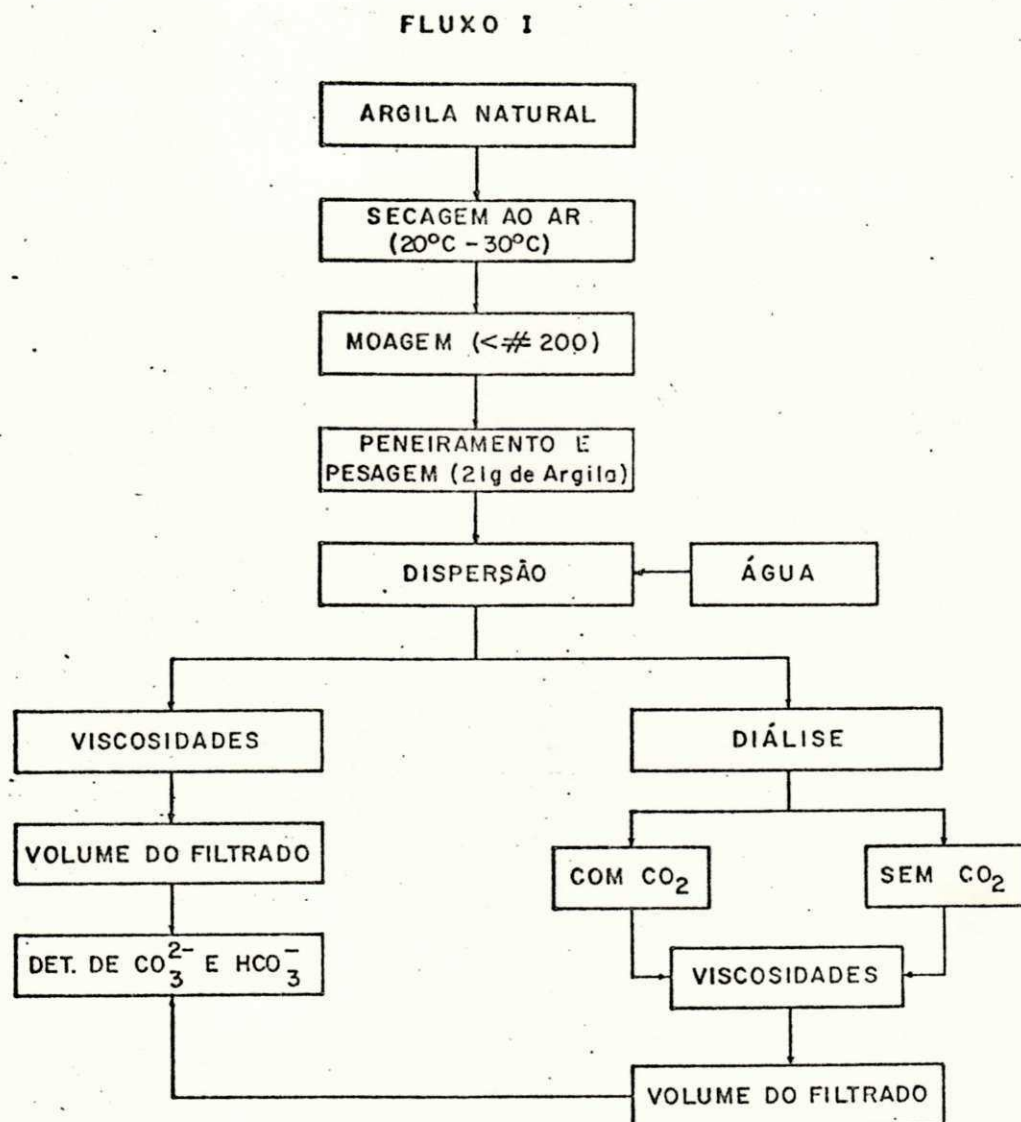
O primeiro processo consistiu na determinação das propriedades reológicas e teores de carbonatos e bicarbonatos das amostras em sua forma natural policatiônica sem diálise, após diálise e, após diálise com  $\text{CO}_2$ .

A finalidade deste processo foi verificar a influência da diálise e a ação do  $\text{CO}_2$  nas argilas esmectíticas em sua forma natural. Foram gastos 126 g de argila de cada cor, perfazendo um total de 378 g de argila, uma vez que todos os ensaios foram feitos em duplicata.

Este processo está apresentado na Fluxograma I da Figura 3-1.

#### Segundo processo (Fluxograma II)

O segundo processo de tratamento de cura consistiu em tratar as amostras com solução saturada de carbonato de sódio (0,25g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  em 2,5  $\text{cm}^3$  de água destilada) na proporção de 100 meq por 100 g de argila seca, 21g de cada amostra foi misturada com 5,5ml de solução de carbonato de sódio para formar suspensão aquosa a 6% quando misturada com 350ml de água destilada. Em seguida, as amostras foram submetidas a ambiente úmido próximo a 100% de UR e temperatura ambiente por período de tempo de 15 min, 30 min, 45 min, 60 min, 75 min e 90 min. Foram gastos 252 g de argila de cada



**Figura 3.1** - Fluxograma do Processo de Cura de Argilas Esmeclíticas no seu Estado Natural



cor, perfazendo um total de 756g, uma vez que todos os ensaios foram feitos em duplicatas. Este processo de tratamento é o elemento base, ou elemento padrão para uso como fluido tixotrópico na perfuração de poços de petróleo; porém a finalidade de uma análise mais detalhada neste processo, foi verificar o efeito da diálise e a ação do uso de  $\text{CO}_2$  nas propriedades reológicas dentro do processo tradicional. Este processo está representado no Fluxograma II da Figura 3-2 .

#### Terceiro processo (Fluxograma III)

O terceiro processo consistiu em submeter as argilas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida à cura em autoclave com 100% UR nas temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ , sendo as amostras tratadas com carbonatos de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila seca antes da autoclavagem. A finalidade deste processo foi observar o efeito da autoclavagem nas propriedades reológicas e comparar com o segundo processo; foram também observados o efeito da diálise e a ação de  $\text{CO}_2$ . Foram gastos 1,134 g de argila de cada cor, uma vez que todos os ensaios, foram feitos em duplicata.

Este processo está representado no Fluxograma III da Figura 3-3.

#### Quarto processo (Fluxograma IV)

O quarto processo consistiu em submeter as argilas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida à cura em autoclave com 100% UR nas temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ , sendo as amostras tratadas com carbonato de sódio na proporção

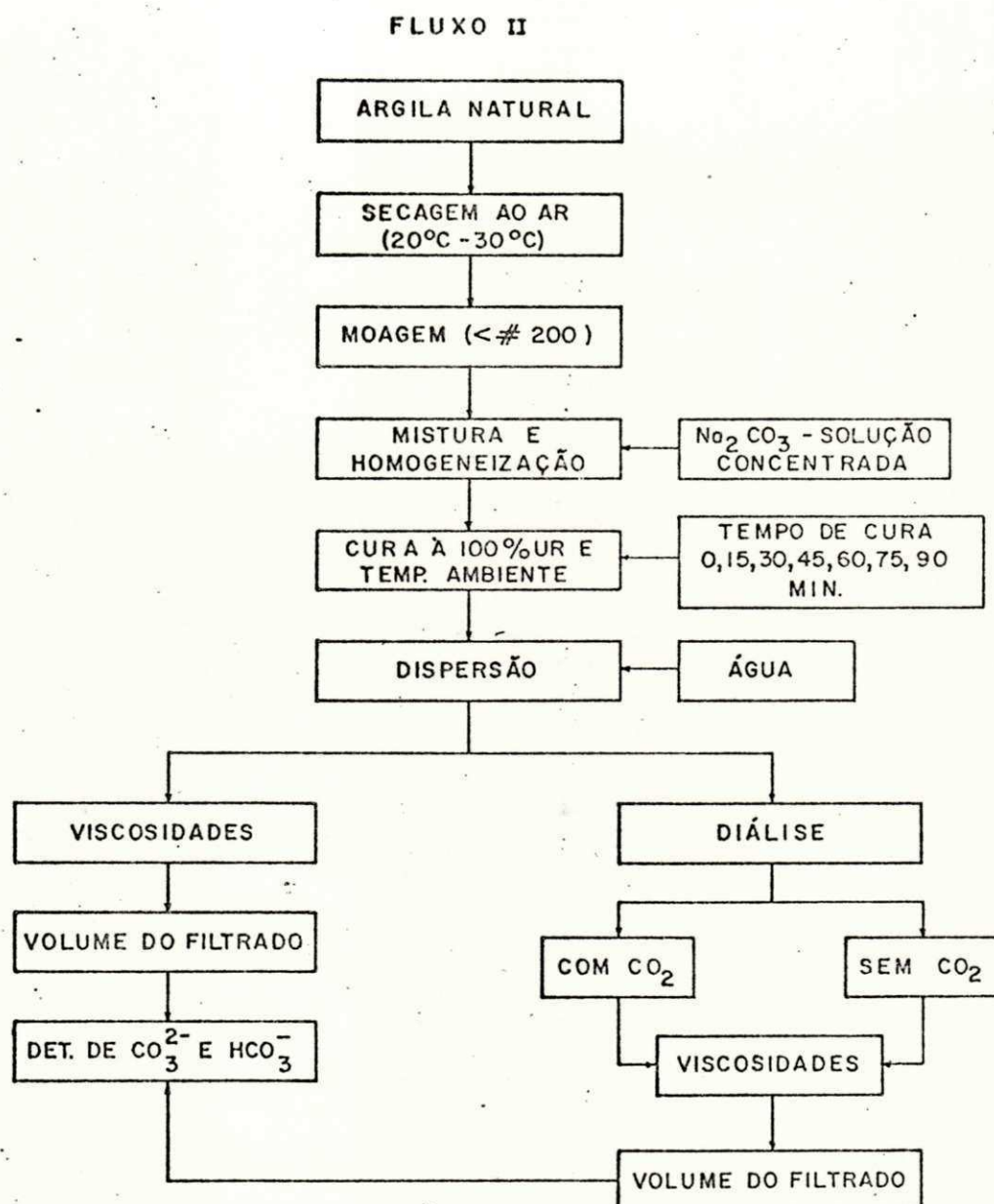


Figura 3.2 - Fluxograma do Processo de Cura à 100% de U.R. e Temperatura Ambiente

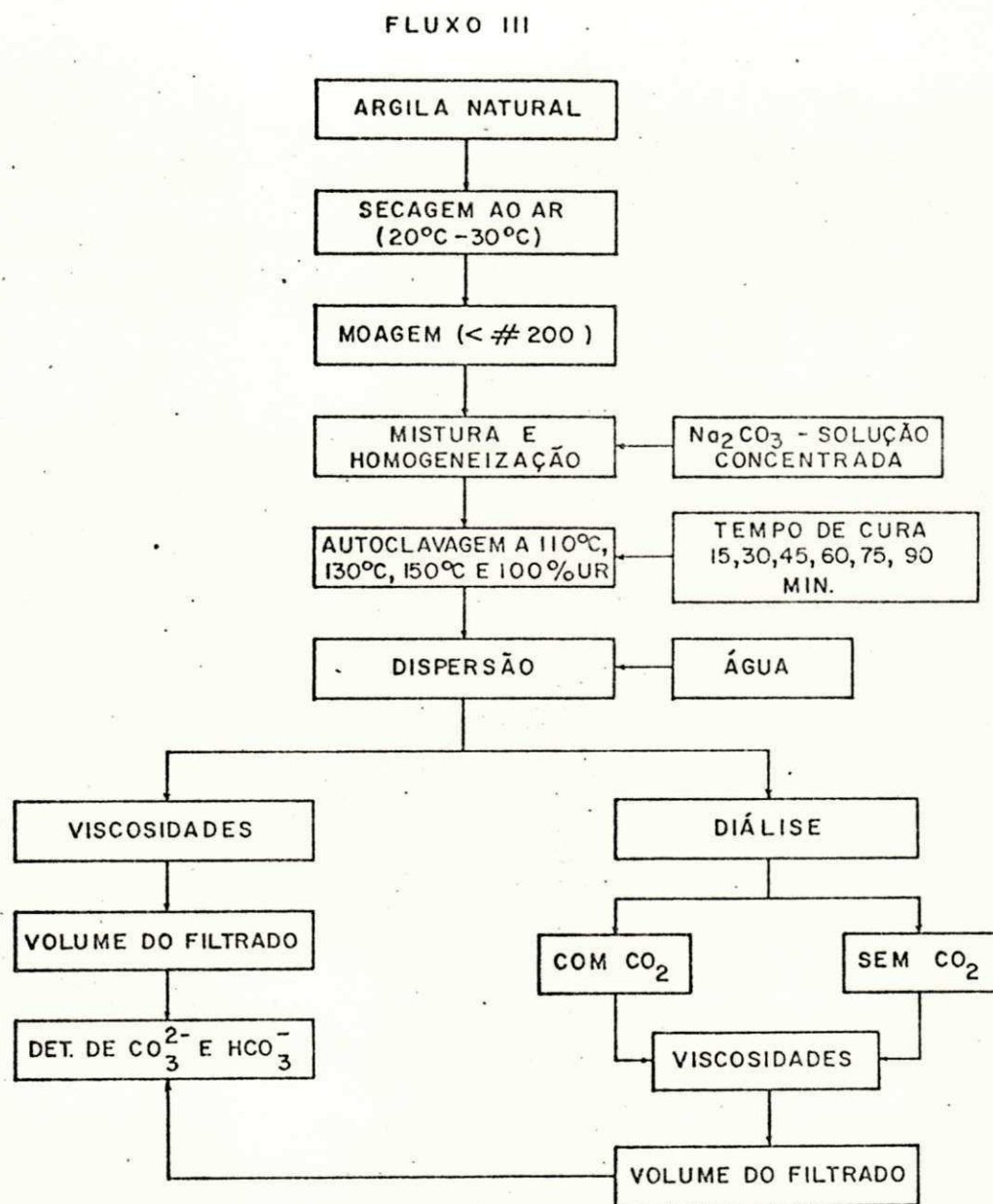


Figura 3.3 - Fluxograma do Processo de Cura de Argilas Esmeclíticas Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100meq por 100g de Argila e Posterior Autoclavagem

ção de 100meq por 100 g de argila seca após a autoclavagem. A finalidade deste processo foi observar o efeito da autoclavagem nas amostras em sua forma natural e verificar a influência da diálise e a ação do uso do  $\text{CO}_2$  nas propriedades reológicas; e comparar com o segundo processo.

Este processo está representado no Fluxograma IV da Figura 3-4.

#### Quinto processo (Fluxograma V)

O quinto processo consistiu em submeter as argilas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida à cura em autoclave com 100% UR nas temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ , sendo as amostras tratadas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila seca e submetidas à secagem em estufa a  $40^\circ\text{C}$  com ventilação antes da autoclavagem. A finalidade deste processo foi observar o efeito do tratamento térmico (secagem) depois de troca com carbonato de sódio, a influência da autoclavagem, o efeito da diálise e a ação do uso de  $\text{CO}_2$  sobre as propriedades reológicas e comparar com o segundo processo. Foram gastos 1,134 g de argila de cada cor, uma vez que todos os ensaios foram feitos em duplicata.

Este processo está representado no Fluxograma V da Figura 3-5.

Após cada processo de tratamento de cura foram determinados os valores das viscosidades aparente e plástica e do volume do filtrado segundo método normalizado pela Petrobrás (1968) na forma de dispersões a 6% (350ml de água destilada foram adicionados 21 g de cada amostra) obtidas

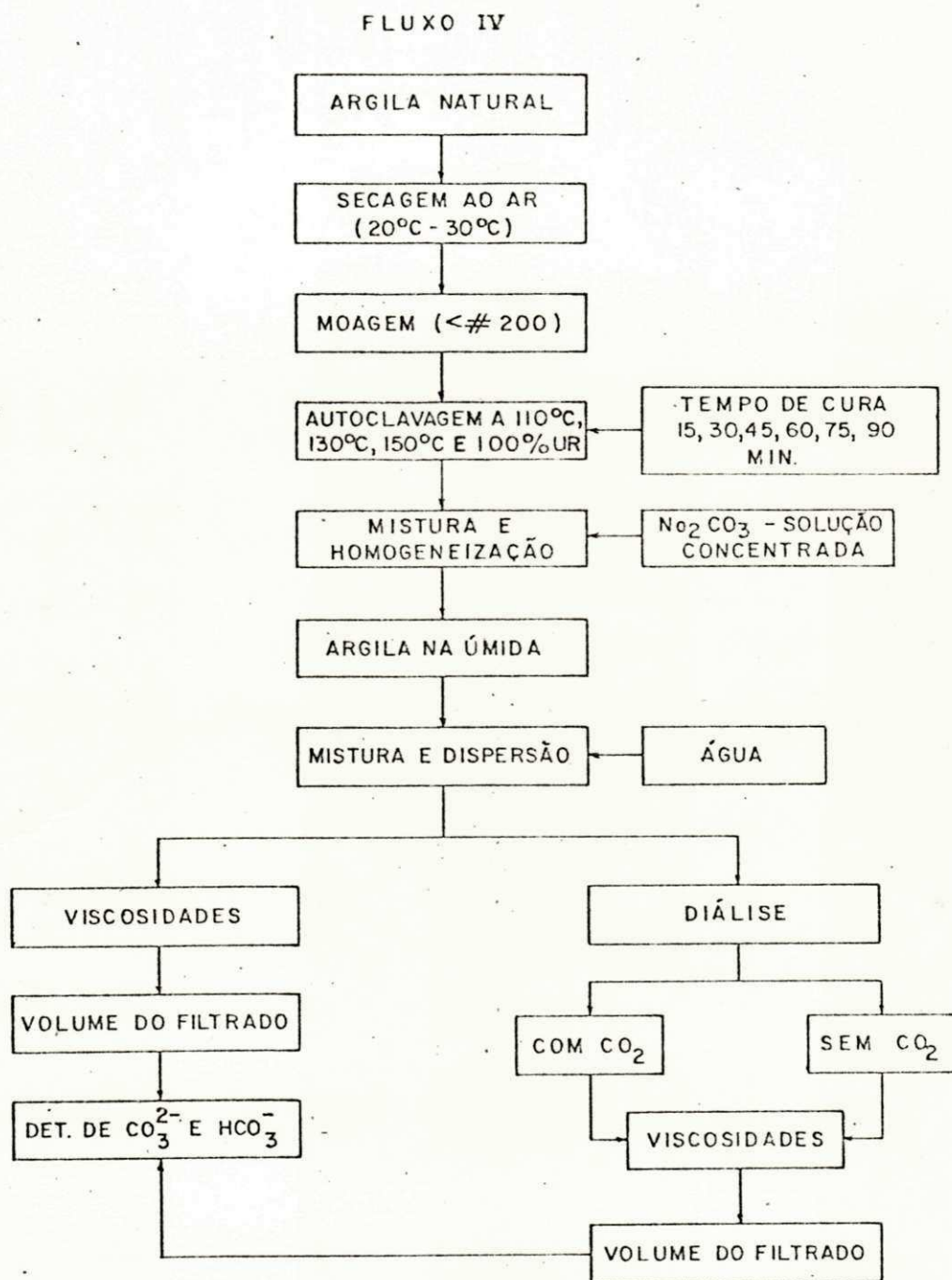
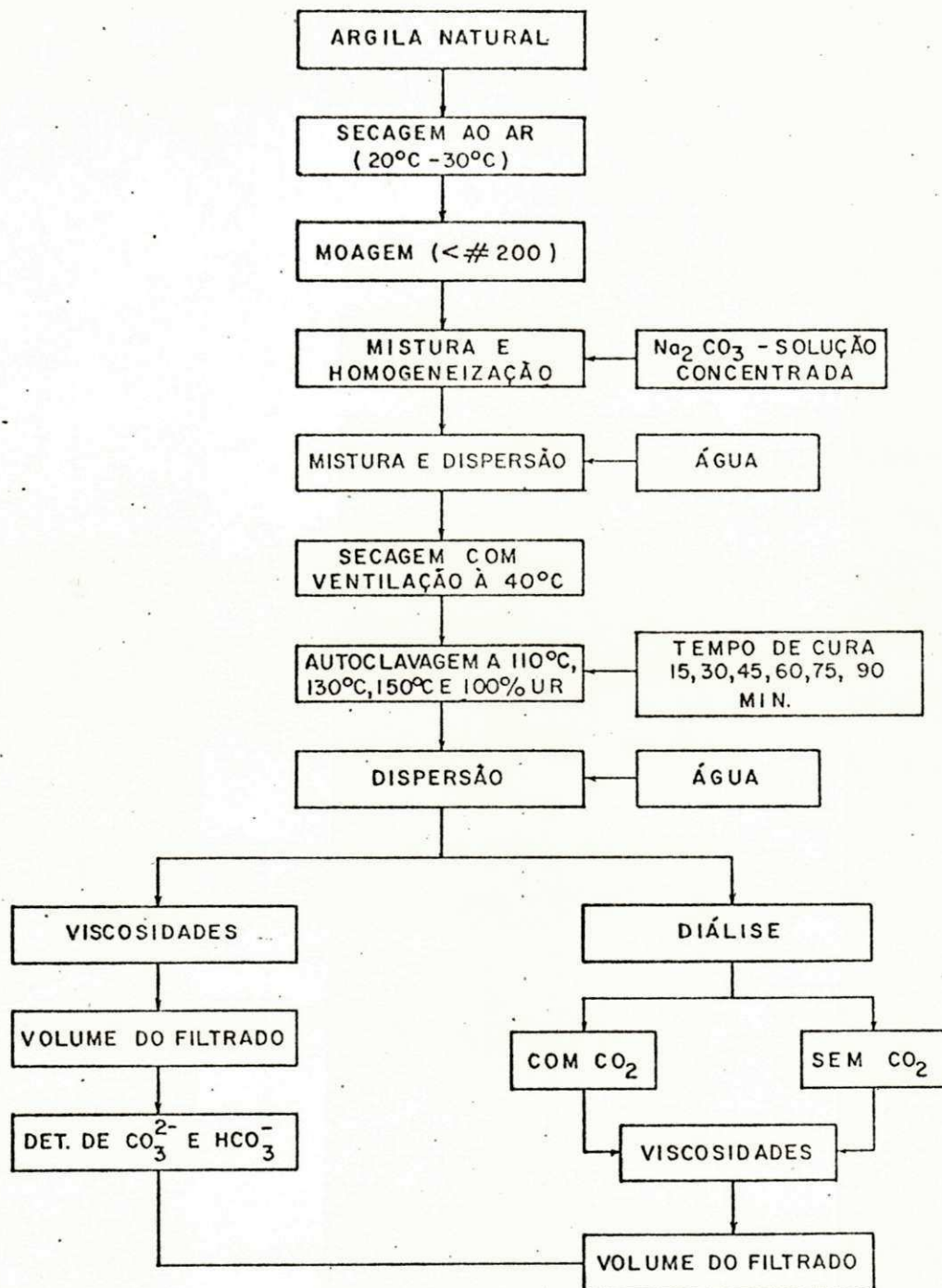


Figura 3.4 - Fluxograma do Processo de cura em Autoclave das Argilas Esmectíticas, Sendo Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100meq por 100g de Argila após à Autoclavagem

## FLUXO V



**Figura 3.5** - Fluxograma do Processo de Cura de Argilas Esmeclíticas Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100mq por 100g de Argila, Submetidas à Secagem com Ventilação à 40°C e Posterior Autoclavagem

com agitador Brookfield a 10.000 rpm por min. Após 24 h em repouso essas dispersões foram novamente agitadas durante 5 min e em seguida determinados os valores das viscosidades aparente e plástica e do volume do filtrado em viscosímetro Fann 35A e filtro prensa, respectivamente.

A viscosidade aparente foi obtida em (cP) dividindo-se por dois a leitura direta feita a 600 rpm no viscosímetro, sendo a viscosidade plástica em cP obtida efetuando-se a diferença entre as leituras de 600 rpm e 300 rpm. O volume do filtrado em ml foi determinado através do filtro prensa à pressão de 7 kgf/cm<sup>2</sup>, recolhidos após 30 min, segundo método descrito no Apêndice I.

Com os resultados obtidos em todos os processos estudados, foram determinados os relacionamentos existentes entre os teores de carbonatos, bicarbonatos e carbonatos mais bicarbonatos e as viscosidades aparente e plástica e volume do filtrado, através da análise de regressão linear simples e múltipla. Essas análises foram processadas pelo computador IBM 370/145, aplicando-se o método dos mínimos quadrados.

O programa utilizado foi o STATISTICAL ANALYSIS SYSTEM (SAS 72) da North Carolina State University. Foram considerados o nível de significância e os graus de liberdade.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo tem o objetivo de apresentar os resultados que identificam as amostras através dos ensaios de caracterização mineralógica, como também os resultados obtidos para as propriedades reológicas (viscosidade aparente, plástica e volume do filtrado) das argilas esmectíticas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida; e, comparar com os valores especificados pela Petrobrás (1968).

Os melhores resultados especificados são aqueles que apresentam viscosidade aparente 15,0 cP (mínimo) viscosidade plástica 4,0 cP (mínimo) e volume do filtrado 18,0 ml (máximo).

#### 4.1 - Ensaio de Caracterização

Com a finalidade de identificar os argilominerais existentes nas argilas esmectíticas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida, foram realizados ensaios de caracterização mineralógica.

Composição química - Os resultados das determinações usuais da análise química e capacidade de troca de cátions estão apresentados na Tabela 4.1. Os teores de  $\text{SiO}_2$  obtidos



através da análise química são devidos a silicatos e a  $\text{SiO}_2$  livre, sendo os silicatos os argilominerais, micas e feldspatos e a sílica livre é provavelmente de quartzo (Souza Santos, 1975). Os teores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  existentes na argila, estão em sua maior parte, combinados formando os argilominerais, geralmente a caulinita (Souza Santos, 1975).

Foram encontrados nas três amostras o elemento ferro; subtende-se que esse elemento deve fazer parte dos retículos cristalinos da illita, uma vez que esse argilomineral contém entre 4 a 6% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e do argilomineral nontronita ou membro da série isomórfica nontronita-beidelita do grupo das esmectíticas (Souza Santos, 1968). Os valores da capacidade de troca de cátions são 68,2 meq/100g de argila para argila de cor

**Tabela 4.1** - Composição Química e Capacidade de Troca de Cátions de Argilas Esmectíticas de Bravo.

DETERMINAÇÕES	VERDE-CLARA	VERMELHA	SORTIDA
Perda ao Fogo (%)	9,6	7,9	16,47
$\text{SiO}_2$ (%)	52,7	58,4	50,00
$\text{Al}_2\text{O}_3$ (%)	24,0	22,7	21,66
$\text{Fe}_2\text{O}_3$ (%)	9,88	7,76	8,34
CaO (%)	0,49	0,42	-
MgO (%)	2,42	1,91	2,51
$\text{Na}_2\text{O}$ (%)	1,17	1,04	0,81
$\text{K}_2\text{O}$ (%)	0,46	0,12	0,24
C.T.C. (método de Adsorção de azul de metileno) (meq/100g)	68,2	63,9	69,3

**Tabela 4.2 - Áreas Específicas de Argilas Esmectíticas de Bravo**

AMOSTRAS	Método de Adsorção de azul de Metileno (m <sup>2</sup> /g)	Método de Permeâmetro de Blaine (m <sup>2</sup> /g)	Método de Fisher (m <sup>2</sup> /g)
Verde-Clara	532,4	5,42	1,1364
Vermelha	499,2	10,40	0,7743
Sortida	504,84	0,1518	0,7073

verde-clara, 63,9 meq/100 g de argila para as argilas de cor vermelha e 69,3 meq/100 g de argila para as argilas do tipo sortida.

Diante dos resultados obtidos, pode-se observar o seguinte: as análises químicas mostraram que as argilas são constituídas essencialmente por silício, alumínio e água e, freqüentemente, por quantidades apreciáveis de ferro e de metais alcalinos e alcalinos-terrosos. Os resultados das três amostras foram praticamente os mesmos e também semelhantes aos obtidos por Souza Santos (1968) Kiminami (1981) Barbosa (1985) e Queiróz (1985) para outras argilas esmectíticas de cores diferentes. Os valores da capacidade de troca de cátions estão em concordância com a faixa de valores encontrados na literatura (Souza Santos, 1975).

Microscopia eletrônica - As micrografias eletrônicas das frações finais das três amostras, encontram-se nas Figuras 4.1, 4.2 e 4.3.

. A amostra de cor verde-clara, apresenta:

a) numerosas partículas isoladas de contorno hexagonal

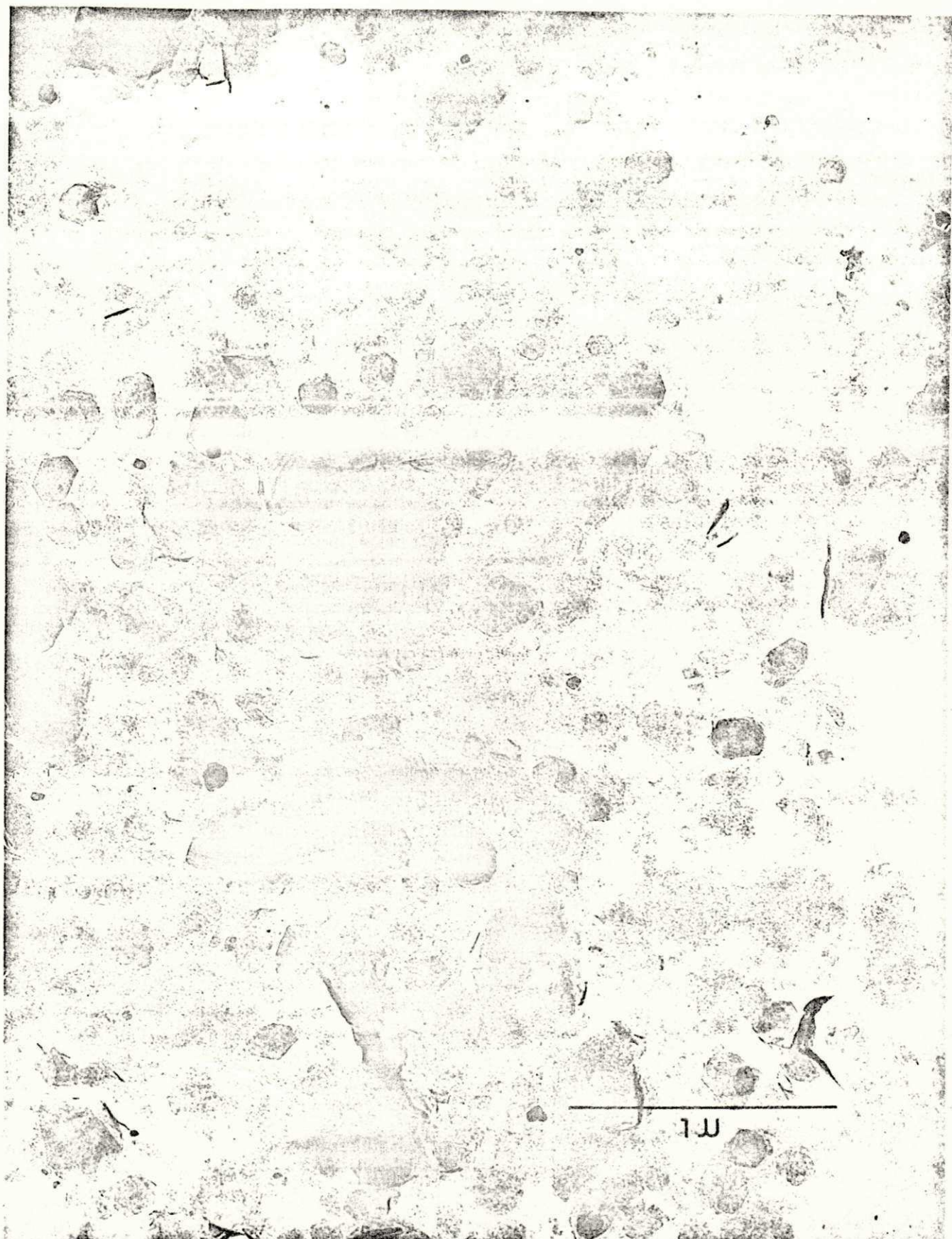


Figura 4.1 - Micrografia Eletrônica de Transmissão da Amostra Verde-Clara - Aumento 49.000X



Figura 4.2 - Micrografia Eletrônica de Transmissão da Amostra Vermelha - 49.000X.

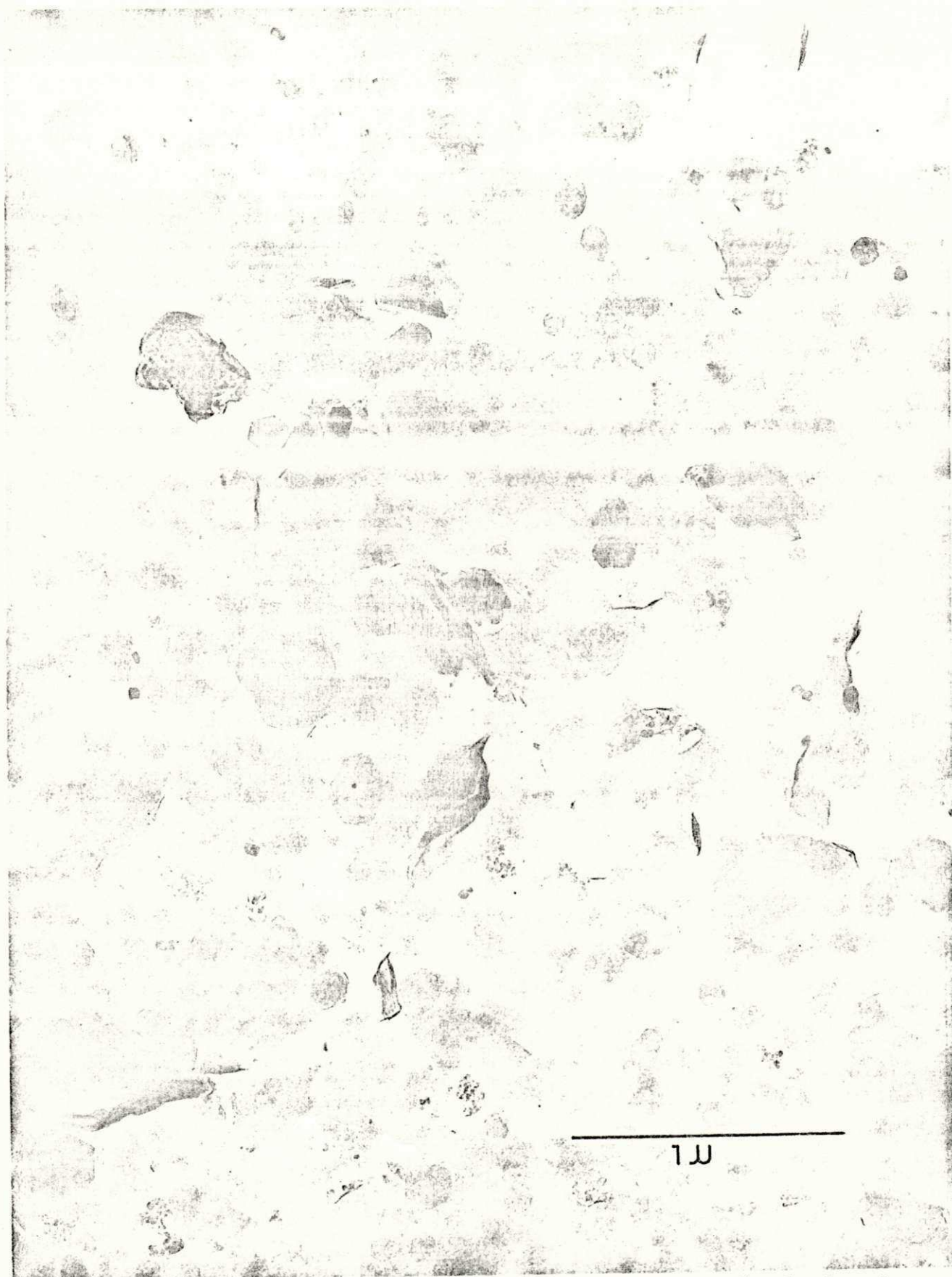


Figura 4.3 - Micrografia Eletrônica de Transmissão da Amostra  
Sortida - 49.000X

característico do grupo da caulinita;

- b) partículas dispersas de contorno indefinido algumas enroladas nos bordos, característica do grupo das montmorilonitas;
- c) presença de pequenas partículas não identificadas.

. A amostra de cor vermelha apresenta:

- a) aglomerados de partículas não identificadas;
- b) algumas partículas dispersas de contorno hexagonal, característica do grupo da caulinita.

. A amostra do tipo sortida apresenta:

- a) algumas partículas dispersas de contorno indefinido frequentemente enrolado nos bordos, característica do grupo das montmorilonitas;
- b) poucas partículas isoladas de contorno hexagonal característico do grupo da caulinita;
- c) presença de pequenas partículas não identificadas.

Diante dos resultados obtidos, pode-se observar o seguinte: as micrografias eletrônicas das amostras verde-clara e sortida foram praticamente as mesmas; a amostra vermelha apresenta pequena diferença das outras amostras por apresentar aglomerados de partículas isoladas, não identificadas. O aspecto geral dessas micrografias foi também, praticamente o mesmo quando comparado com outras micrografias obtidas por Souza Santos (1968) Kiminami (1981) Barbosa (1985) e Queiróz (1985) para as argilas esmectíticas de cores diferentes.

Área específica - Os resultados obtidos para áreas es

pecíficas das três amostras pelo método de adsorção de azul de metileno, método de permeâmetro de Blaine e pelo método de Fisher estão apresentados na Tabela 4.2. Os valores obtidos para a área específica pelo método de adsorção de azul de metileno são  $532,4 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor verde-clara,  $499,2 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor vermelha e  $504,84 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas do tipo sortida. Os valores obtidos para a área específica pelo método do permeâmetro de Blaine são  $5,42 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor verde-clara,  $10,40 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor vermelha e  $0,1518 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas do tipo sortida. Os valores obtidos para a área específica pelo método de Fisher são  $1,1364 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor verde-clara,  $0,7743 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas de cor vermelha e  $0,7073 \text{ m}^2/\text{g}$  para as argilas do tipo sortida.

Diante dos resultados obtidos, pode-se observar o seguinte: os resultados obtidos em cada método foram semelhantes aos obtidos por Kiminami (1981) Barbosa (1985) e Queiróz (1985) para outras argilas de cores diferentes. Dos três métodos utilizados o que apresenta maiores valores de áreas específicas para as argilas é o método de adsorção de azul de metileno, vindo em seguida o método de Blaine e o método de Fisher. A grande diferença entre os resultados obtidos para a área específica das argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e sortida prende-se ao princípio de funcionamento entre os métodos empregados; não, se podendo fazer comparação entre os resultados obtidos. Dos métodos empregados, o que melhor se aplica às argilas é o de adsorção do azul de metileno por apresentar resultados próximos da

faixa especificada para as argilas esmectíticas que é em torno de  $300 \text{ m}^2/\text{g}$  (BET).

Diante dos resultados obtidos quanto à composição mineralógica, observa-se o seguinte: as argilas esmectíticas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida são constituídas por misturas de argilominerais caulinita e do grupo das esmectitas.

#### 4.2 - Ensaios Tecnológicos

Os resultados quando das determinações das viscosidades aparente e plástica e do volume do filtrado das argilas esmectíticas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida nos diversos processos estudados, serão discutidos a seguir:

##### 4.2.1 - Primeiro Processo (Fluxograma I)

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas em seu estado natural estão apresentados nas Tabelas I, II e III.

Esses resultados mostraram que as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida em seu estado natural, apresentam comportamento de um fluido floculado onde a fluidez da lama é muito elevada, ou seja, as viscosidades aparente e plástica são muito baixas, podendo-se mesmo ter a separação das fases entre a água e a fração argila, sendo que essa última fica sedimentada no fundo do recipiente. Há ausência de carbonato e baixos teores de bicarbonato. Após



Tabela I

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmecciticas em seu Estado Natural, sem Diálise.					
AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	4,0	2,0	46,0	0,0	1,0
VERMELHA	4,3	2,5	37,0	0,0	0,7
SORTIDA	4,3	2,5	30,0	0,0	0,8

Tabela II

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmecciticas em seu Estado Natural, após Diálise					
AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	4,3	2,0	32,0	0,0	2,0
VERMELHA	4,5	2,0	26,0	0,0	1,0
SORTIDA	3,8	2,0	23,4	0,0	1,2

Tabela III

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmecciticas em seu Estado Natural após Diálise com o uso de CO <sub>2</sub>					
AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	2,8	2,0	27,5	0,0	4,6
VERMELHA	2,8	2,5	27,0	0,0	3,2
SORTIDA	2,8	2,0	20,0	0,0	3,8

o efeito da diálise (Tabela II) o comportamento das três a mostras em estudo não apresentou diferença significativa quando comparadas com amostras sem diálise (Tabela I) com exceção do volume do filtrado que apresentou diminuição.

Após o efeito da diálise com o uso de  $\text{CO}_2$  (Tabela III) as amostras apresentaram diminuição nas viscosidades aparente e volume do filtrado.

Em resumo, observa-se que:

1 - As argilas esmectíticas de Boa Vista-Pb, em seu estado natural, são imprestáveis para uso como fluido tixotrópico para a perfuração de poços de petróleo, devido ao fato de não apresentarem reologia adequada em virtude de serem provavelmente policatiônicas, podendo apresentar o cãtion Ca.

2 - A diálise não favoreceu as argilas esmectíticas em sua forma natural, por serem pouco sensíveis ao tratamento.

3 - Com o efeito da diálise usando o  $\text{CO}_2$ , as argilas esmectíticas apresentaram viscosidades aparentes bem abaixo das mínimas especificadas pela Petrobrás (1968).

4 - As argilas esmectíticas submetidas à diálise sem uso de  $\text{CO}_2$  quando comparadas com as submetidas à diálise com uso de  $\text{CO}_2$ , mostraram que há tendência a diminuir a viscosidade aparente e volume do filtrado, prejudicando as propriedades reológicas, por conseguinte, não favorecendo seu uso dentro das normas da Petrobrás .

5 - O fluxograma I quando comparado com o fluxograma II (Fluxograma padrão) mostra a deficiência das argilas es

mectíticas, provavelmente policatiônicas, e a necessidade do uso de métodos especiais de tratamento com carbonato de sódio a fim de obter esmectíticas sódicas.

#### 4.2.2 - Segundo Processo (Fluxograma II)

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas após tratamento com carbonato de sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, sem processo de cura, estão apresentados nas Tabelas IV, V e VI. Esses resultados mostraram que as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida sem o efeito da diálise (Tabela IV) apresentam viscosidade aparente na faixa de 15,0 cP, viscosidade plástica na faixa de 4,0 cP e volume do filtrado abaixo de 18,0ml. Esses resultados satisfazem às especificações da Petrobrás (1968). Observa-se que, após a adição de carbonato de sódio, houve aumento nos teores de carbonato e bicarbonato; fato que não ocorreu com as amostras em sua forma natural. Após o efeito da diálise (Tabela V) observa-se que ocorre diminuição da viscosidade aparente e aumento da viscosidade plástica, enquanto o volume do filtrado permanece praticamente o mesmo; contudo esses resultados satisfazem as especificações da Petrobrás (1968). Observa-se que, com a diálise, os teores de carbonato e bicarbonato diminuem bastante para as três amostras em estudo. Para as amostras estudadas nesta condição, porém submetidas ao efeito da diálise com o uso de  $\text{CO}_2$  (Tabela VI) observa-se que ocorreu aumento da viscosidade aparente e, diminuição na viscosidade

Tabela IV

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, PB Tratadas com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  na proporção de 100meq por 100g de Argila, Sem Diálise

AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	$\text{CO}_3^{2-}$ (meq/l)	$\text{HCO}_3^-$ (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	26,7	4,3	16,8	17,4	15,3
VERMELHA	22,6	4,3	17,5	18,0	11,1
SORTIDA	17,6	6,0	17,3	15,4	14,2

Tabela V

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, PB tratadas com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  na Proporção de 100meq por 100g de Argila, Após Diálise

AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	$\text{CO}_3^{2-}$ (meq/l)	$\text{HCO}_3^-$ (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	19,8	7,5	18,0	5,2	4,8
VERMELHA	17,5	7,0	16,5	3,2	3,8
SORTIDA	15,0	6,2	17,0	4,0	4,6

Tabela VI

Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, PB, Tratadas com  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  na Proporção de 100meq por 100g de Argila, Após Diálise com o uso de  $\text{CO}_2$

AMOSTRA	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	$\text{CO}_3^{2-}$ (meq/l)	$\text{HCO}_3^-$ (meq/l)
	APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	30,2	4,0	17,5	0,0	12,2
VERMELHA	25,6	5,3	16,5	3,2	14,8
SORTIDA	15,8	5,5	17,5	0,6	7,5

plástica e volume do filtrado. Os teores de carbonatos diminuíram, enquanto o bicarbonato aumentou; porém esses resultados satisfazem às especificações da Petrobrás (1968).

Em resumo, observa-se que:

1 - Com os ensaios de troca de cátions das argilas esmectíticas de Boa Vista-Pb pelo sódio, utilizando solução concentrada de carbonato de sódio como fonte de sódio, mostraram que é possível se obter esmectita sódica que produz viscosidade aparente e plástica, em dispersão aquosa de concentração da ordem de 6% que atingem os mínimos estabelecidos pelas especificações da Petrobrás (1968) para utilização como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo.

2 - A diálise favorece as propriedades reológicas, eliminando sais solúveis indesejáveis como carbonato e bicarbonoato de sódio.

3 - O tratamento das argilas esmectíticas com solução saturada de carbonato de sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, favorece as argilas, as quais apresentam resultados adequados frente às normas da Petrobrás (1968).

4 - Comparando o segundo processo (Fluxograma II) com o primeiro processo (Fluxograma I) observa-se que é necessário o tratamento das argilas esmectíticas, provavelmente policatiônicas, com a finalidade de transformá-las em esmectítica sódicas, próprias para uso como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo.

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas, a pós tratamento com carbonato de sódio na proporção de 100meq

por 100 g de argila, após tratamento de cura em câmara úmida estão apresentados nas Tabelas VII a IX e Figuras 1 a 9. Esses resultados mostram que as argilas esmectíticas de cor verde-clara sem diálise, apresentam alta viscosidade aparente e baixa viscosidade plástica. Neste caso, o sistema adquire o aspecto de semi-sólido (gel) não apresentando resultados favoráveis frente às especificações da Petrobrás (1968).

As argilas esmectíticas de cor vermelha apresentam até 60 min de cura, resultados favoráveis para fluido de perfuração de poços de petróleo, dentro das especificações da Petrobrás (1968). Após 75 min de cura as argilas de cor vermelha apresentam alta viscosidade aparente e baixa viscosidade plástica; estando, pois floculadas e fora das especificações da Petrobrás (1968).

As argilas esmectíticas do tipo sortida, apresentam a partir de 60 min de cura, resultados favoráveis para uso como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo. As argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, neste processo de tratamento de cura, apresentam altos teores de carbonato e bicarbonato.

Após o efeito da diálise, nota-se sensível melhora nas propriedades reológicas das argilas esmectíticas de cor verde-clara e vermelha, enquanto para as argilas do tipo sortida, não houve melhora significativa após o efeito da diálise, apresentando comportamento estranho não esperado. Nota-se que, com a diálise, os teores de carbonato e bicarbonato diminuíram bastante para as três amostras em estudo, em comparação com as sem diálise.

Observa-se que, após o efeito da diálise com o uso

**Tabela VII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado, Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Câmara Úmida com 100% UR na Temperatura Ambiente, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	26,5	2,5	18,5	17,8	15,9
VERMELHA		18,5	5,8	17,0	17,6	13,6
SORTIDA		14,8	5,5	19,5	16,0	15,5
VERDE CLARA	30	27,8	2,5	18,5	18,8	14,7
VERMELHA		18,0	5,8	16,8	16,6	15,3
SORTIDA		16,7	6,3	18,3	17,0	15,1
VERDE CLARA	45	32,7	4,5	16,5	16,2	18,5
VERMELHA		19,4	4,8	15,5	17,8	13,7
SORTIDA		16,4	6,5	18,8	16,2	14,7
VERDE CLARA	60	30,0	8,0	17,5	17,2	17,5
VERMELHA		18,7	4,8	15,8	16,6	10,6
SORTIDA		17,5	4,8	18,3	15,2	15,3
VERDE CLARA	75	31,4	2,3	15,0	18,4	18,4
VERMELHA		30,2	2,0	13,0	15,2	18,8
SORTIDA		19,4	4,3	17,0	14,4	8,6
VERDE CLARA	90	34,3	1,7	14,5	16,6	14,2
VERMELHA		32,8	2,0	14,8	17,4	10,7
SORTIDA		22,8	7,0	15,0	14,4	12,7

**Tabela VIII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Câmara Úmida com 100% UR. na Temperatura Ambiente, Submetida ao Efeito da Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	23,3	5,5	17,0	4,0	6,0
VERMELHA		21,8	6,5	15,0	2,8	5,4
SORTIDA		14,5	5,5	17,5	3,6	5,0
VERDE CLARA	30	23,7	7,5	21,0	5,6	7,4
VERMELHA		20,7	7,0	15,8	3,8	4,3
SORTIDA		14,3	6,0	17,0	2,8	5,6
VERDE CLARA	45	23,0	5,5	17,0	4,0	7,0
VERMELHA		20,9	7,3	15,0	2,4	6,6
SORTIDA		11,3	3,5	18,0	2,0	2,0
VERDE CLARA	60	23,4	7,0	18,0	6,0	5,6
VERMELHA		22,4	7,5	15,0	4,0	4,6
SORTIDA		15,4	6,3	18,0	3,2	6,4
VERDE CLARA	75	18,7	7,3	16,0	4,0	3,9
VERMELHA		14,9	7,3	11,5	3,6	3,6
SORTIDA		12,0	6,0	17,5	3,2	3,6
VERDE CLARA	90	20,5	7,2	17,5	4,0	5,0
VERMELHA		17,2	6,8	12,5	3,6	4,2
SORTIDA		13,3	6,5	16,5	2,4	4,4



**Tabela IX** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Câmara Úmida com 100% UR na Temperatura Ambiente Submetida ao Efeito da Diálise com Uso de  $\text{CO}_2$

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	$\text{CO}_3^{2-}$ (meq/l)	$\text{HCO}_3^-$ (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	36,9	3,0	20,0	0,8	14,6
VERMELHA		35,3	2,5	15,0	0,4	11,8
SORTIDA		37,8	4,0	16,0	1,4	13,2
VERDE CLARA	30	41,0	3,7	18,0	0,0	15,0
VERMELHA		34,5	3,7	15,0	0,0	11,2
SORTIDA		39,2	4,3	15,8	0,4	11,6
VERDE CLARA	45	36,8	3,5	18,0	2,0	15,0
VERMELHA		32,8	4,3	15,0	1,6	11,4
SORTIDA		39,5	4,0	16,0	2,8	12,8
VERDE CLARA	60	34,8	3,2	21,0	1,6	17,4
VERMELHA		26,7	4,5	16,0	2,8	11,2
SORTIDA		41,0	3,7	17,0	0,8	17,0
VERDE CLARA	75	32,4	4,8	18,0	0,4	10,4
VERMELHA		25,8	5,5	15,2	6,0	3,8
SORTIDA		30,2	5,0	17,2	4,0	3,6
VERDE CLARA	90	44,4	2,5	19,3	0,6	17,4
VERMELHA		39,7	2,5	15,5	1,4	16,0
SORTIDA		49,5	3,5	17,4	1,4	17,4

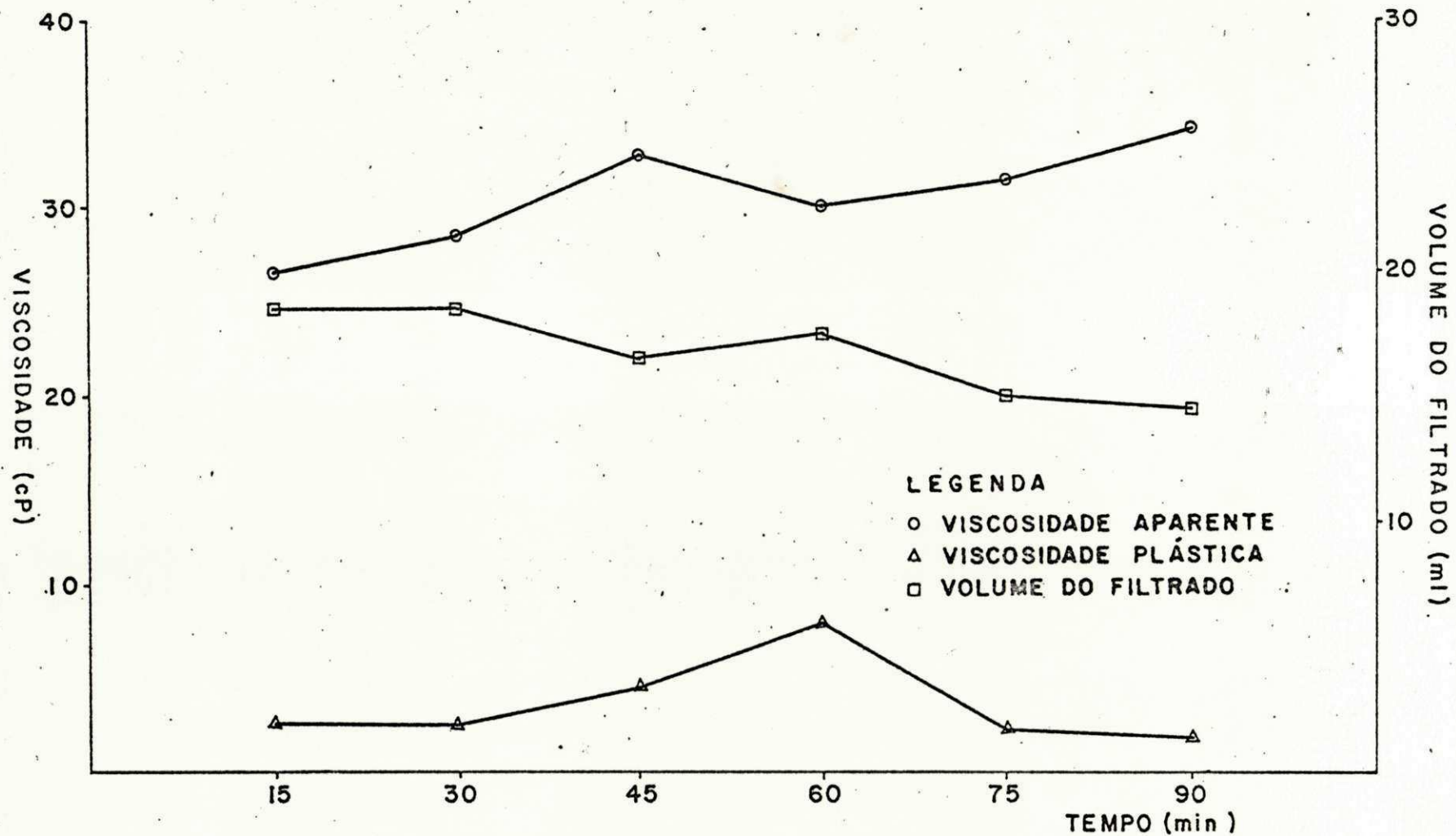


Figura 1 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara - Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% UR e Temperatura Ambiente, sem Diálise

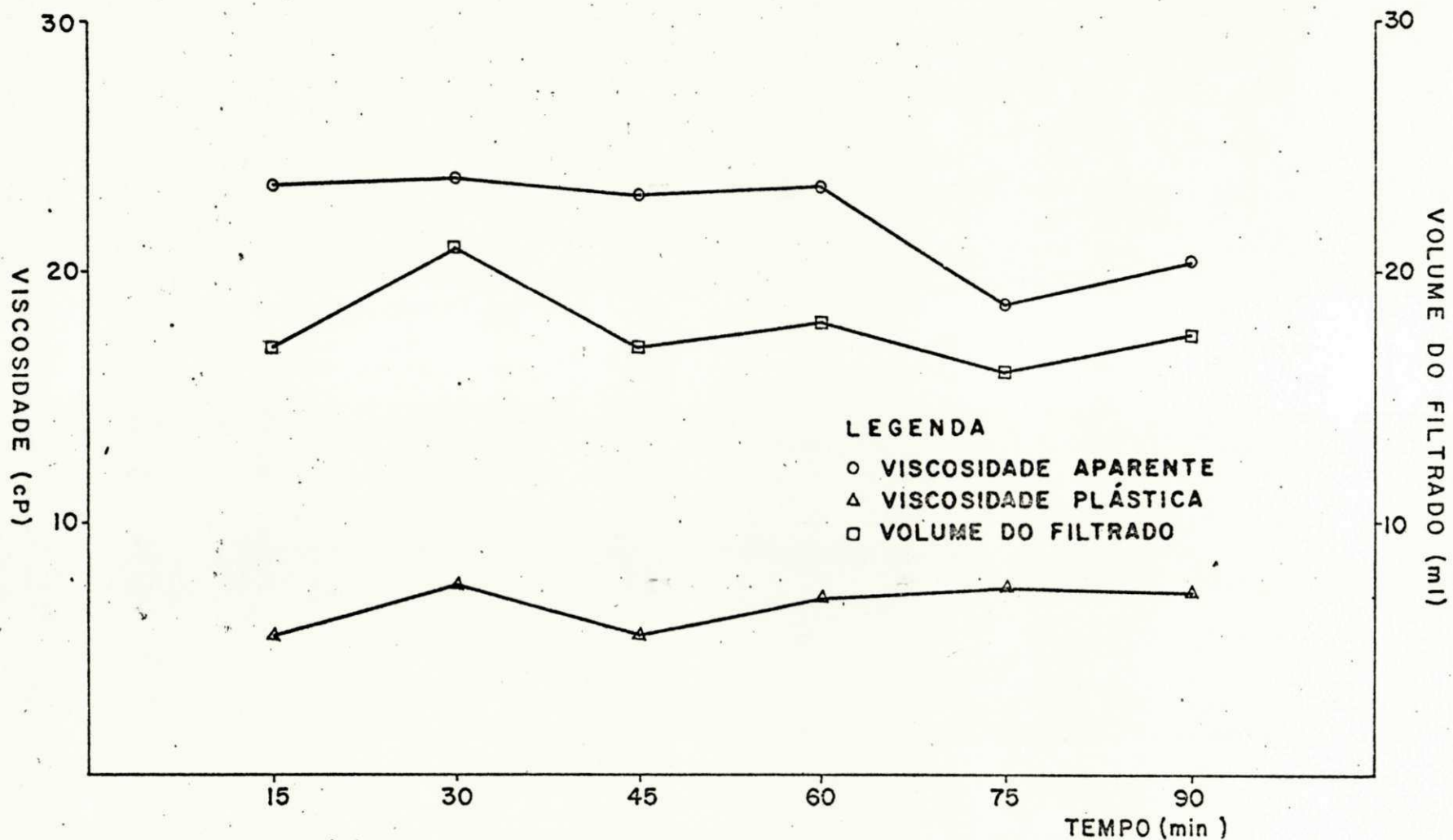


Figura 2 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, após Diálise

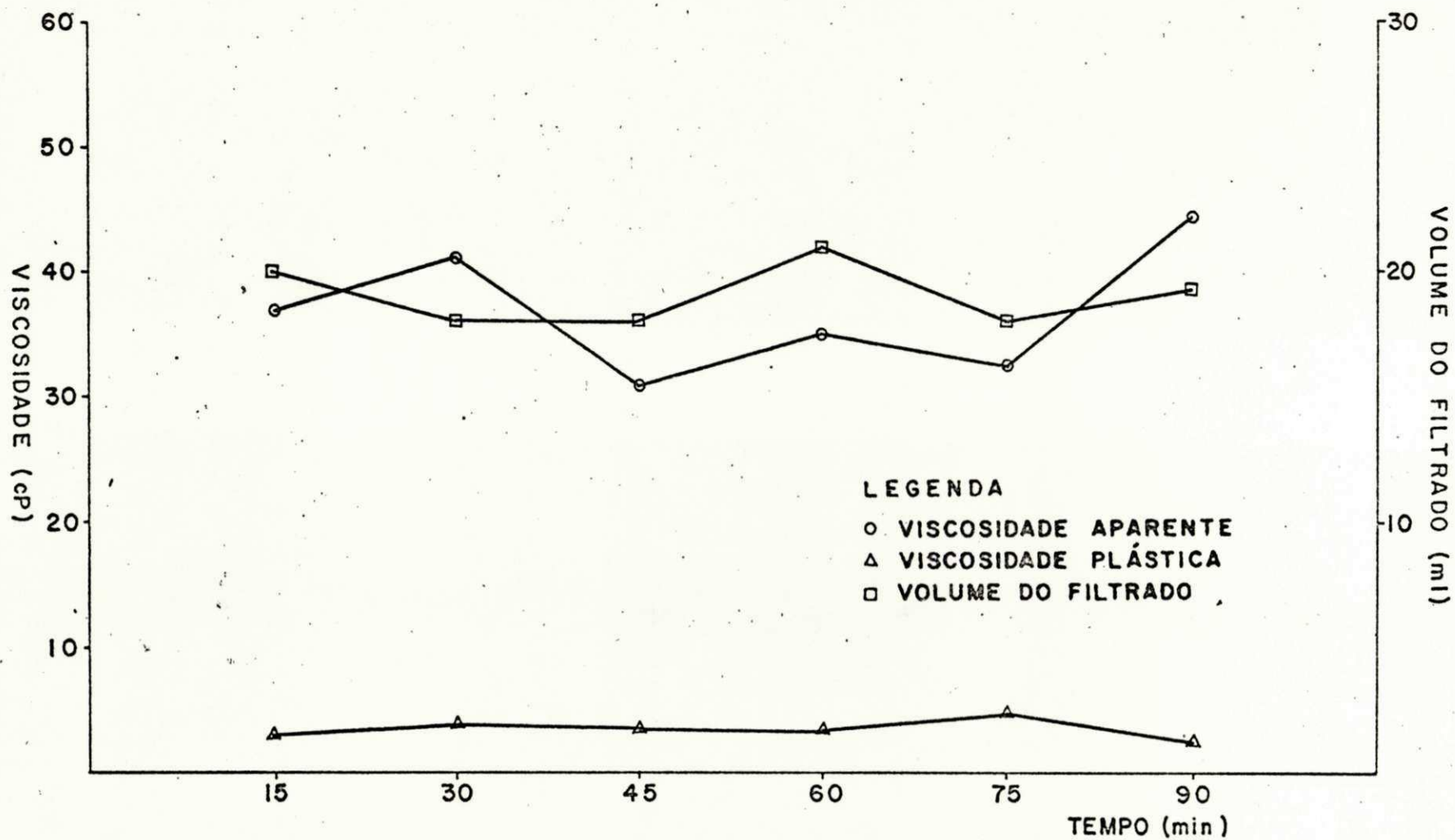


Figura 3 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista - Pb, Cúrada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, após Diálise com CO<sub>2</sub>

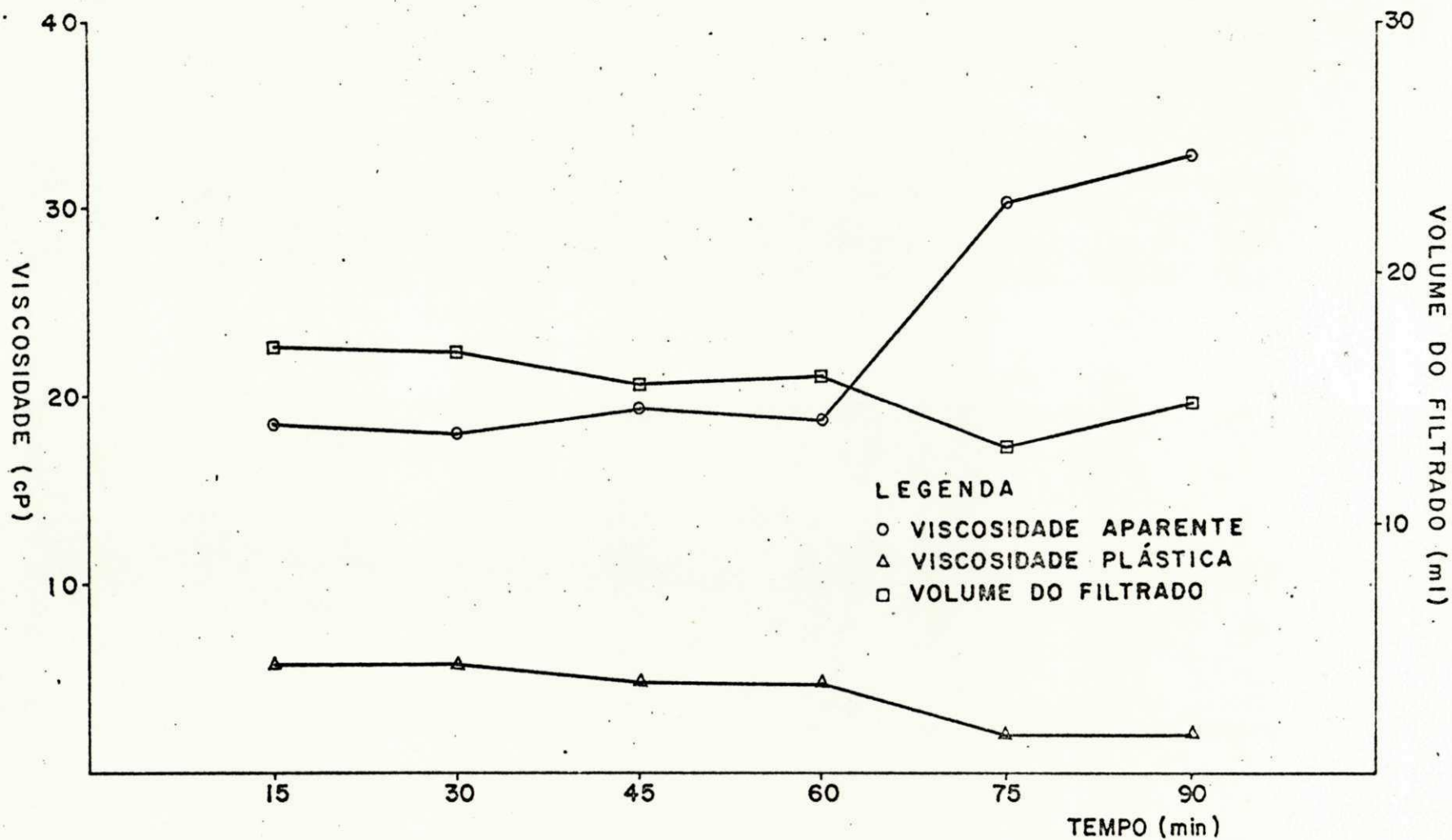


Figura 4 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Emectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, sem Diálise

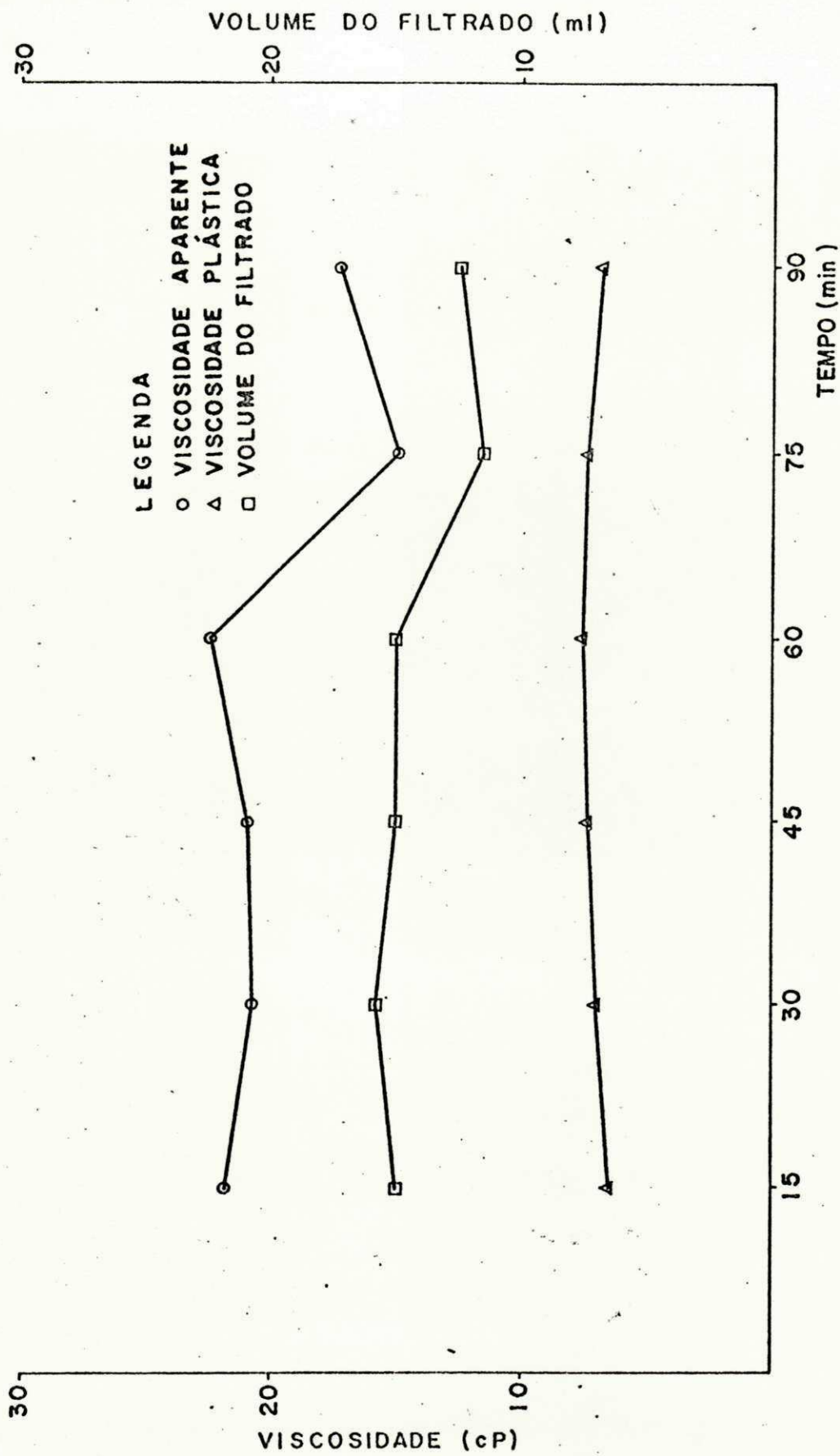


Figura 5 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, após Diálise

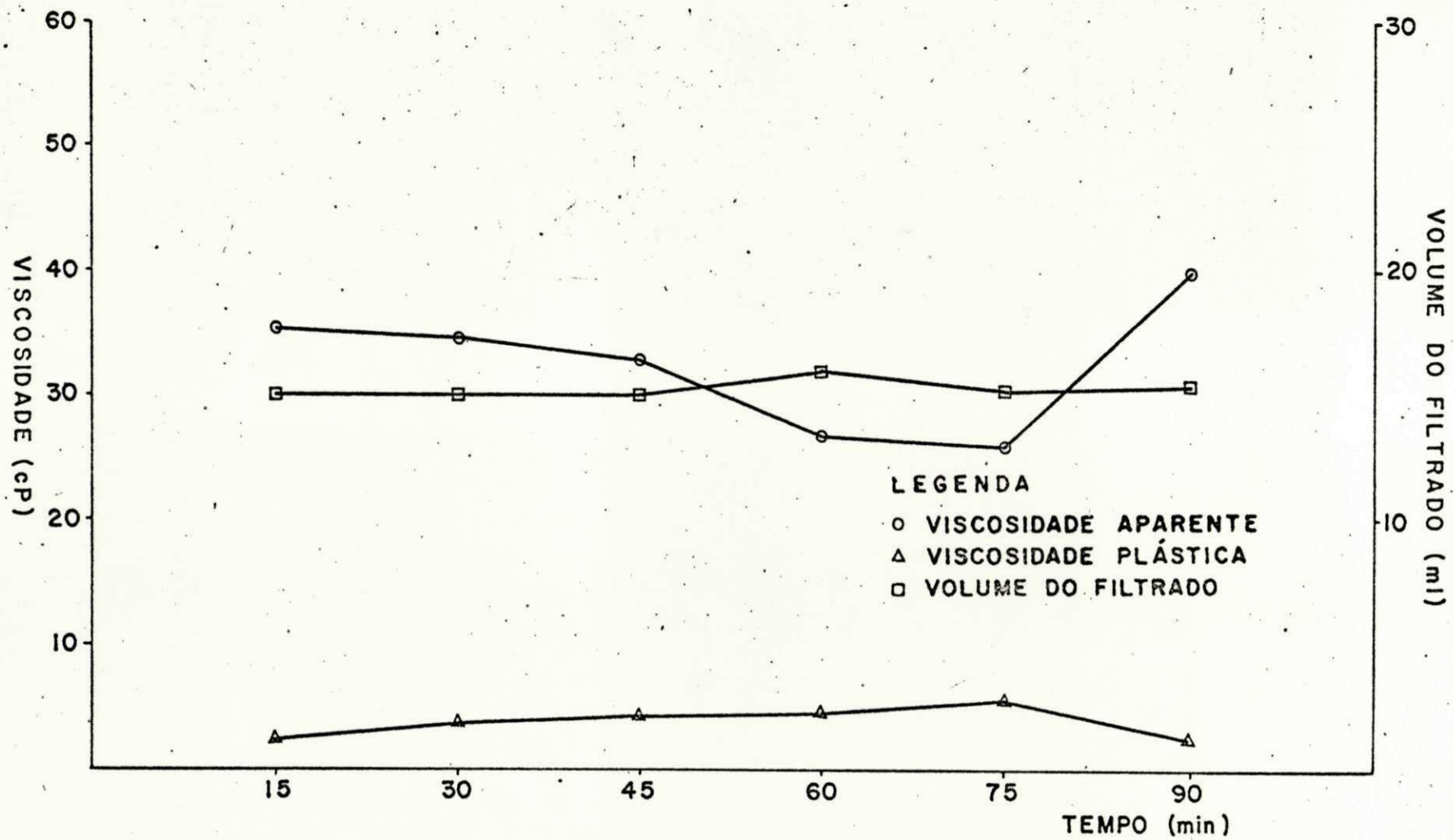


Figura 6 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% de U.R. e Temperatura Ambiente, após Diálise com CO<sub>2</sub>

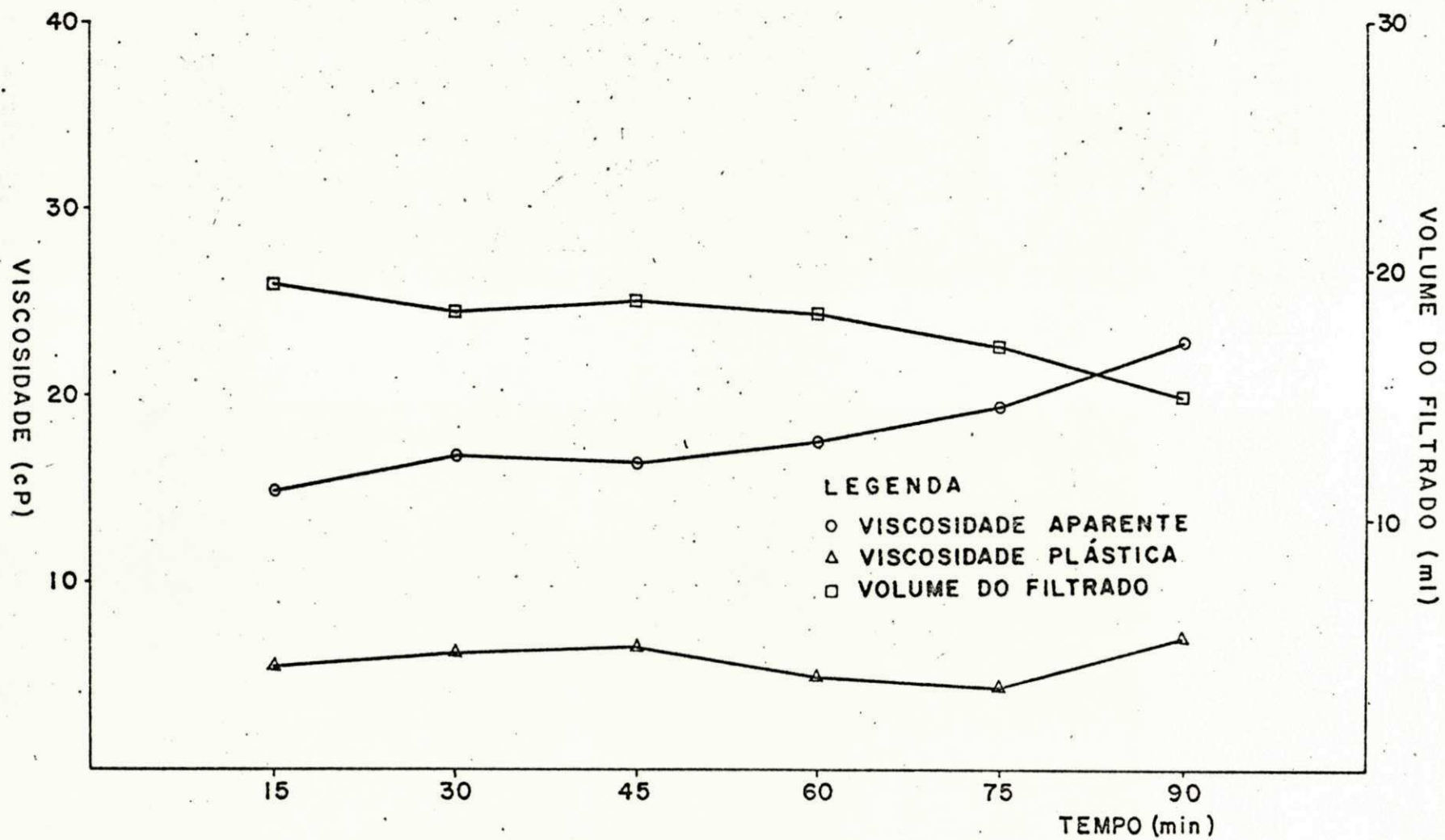


Figura 7 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, sem Diálise



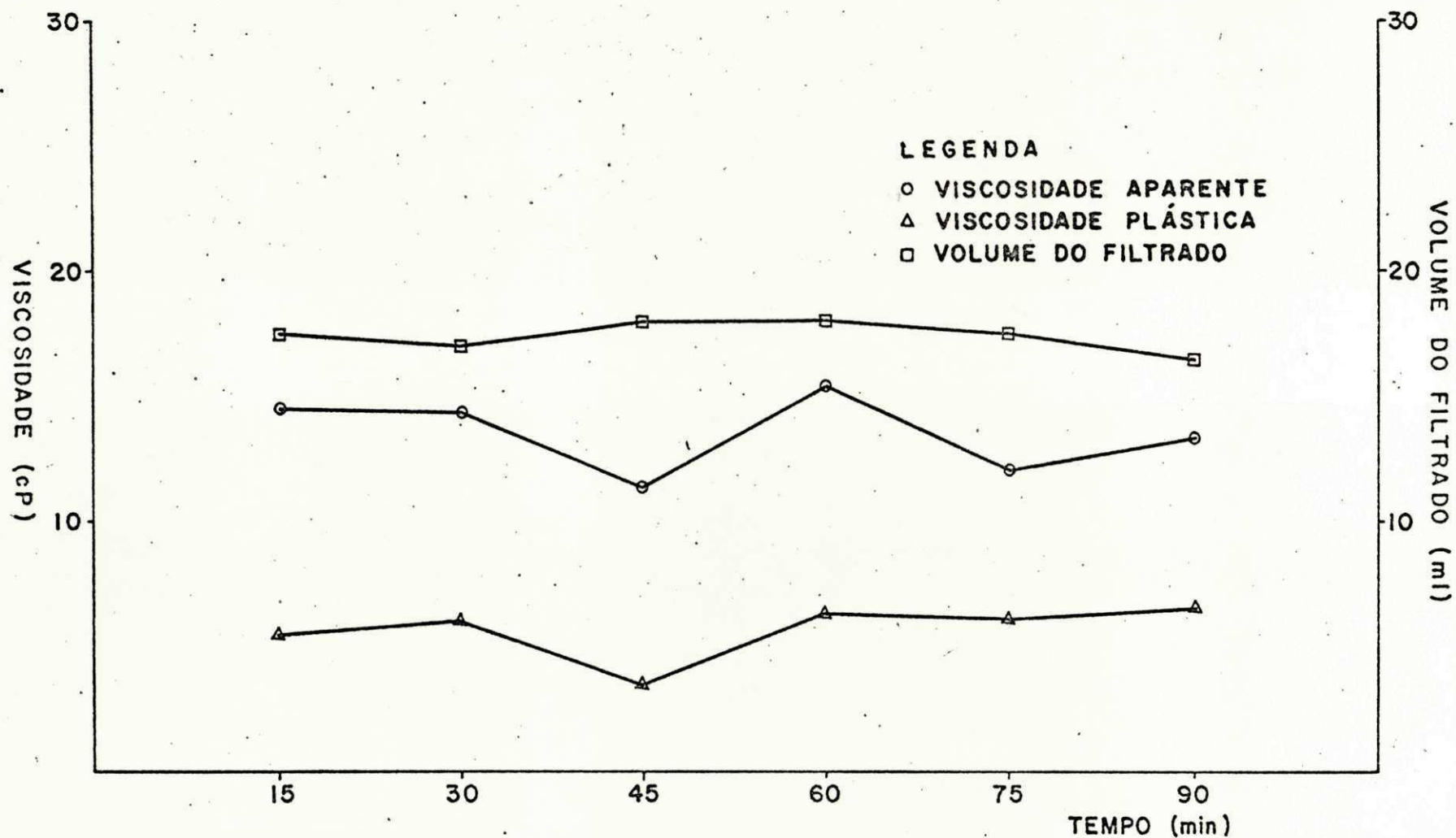


Figura 8 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R. e Temperatura Ambiente, após Diálise

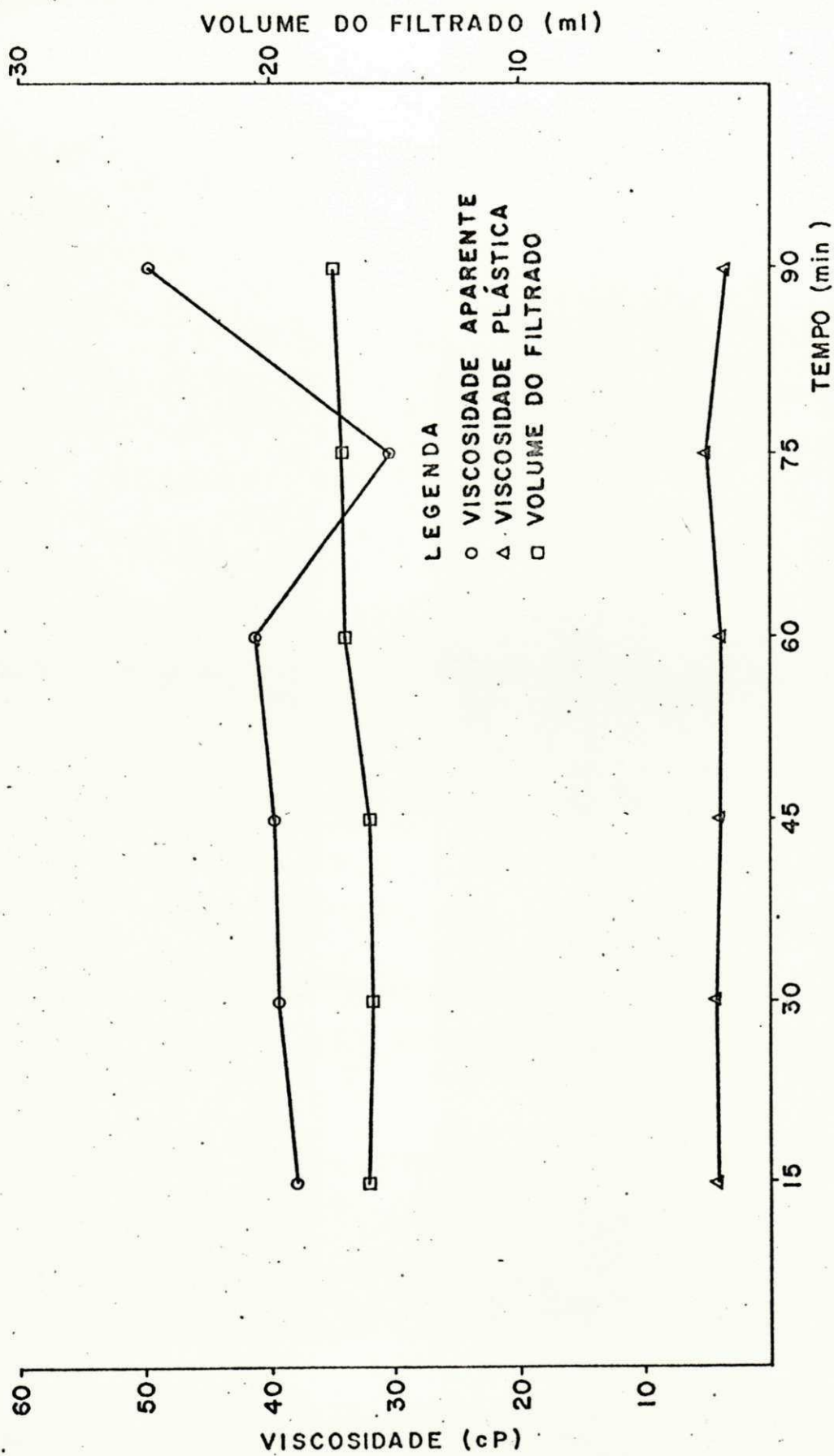


Figura 9 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeectílicas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Câmara Úmida com 100% U.R.e Temperatura Ambiente, após Diálise com CO<sub>2</sub>

de  $\text{CO}_2$ , as três amostras de argilas esmectíticas em estudo, apresentam grande maioria dos resultados fora das especificações da Petrobrás (1968). Segundo resultados apresentados, o sistema adquire o aspecto de semi-sólido (gel) ou seja, a viscosidade aparente é muito elevada e a viscosidade plástica muito baixa; fato esperado por ser o  $\text{CO}_2$  solúvel com tendência a flocular o sistema. Os teores de carbonato diminuem sensivelmente, enquanto os teores de bicarbonatos aumentam.

Em resumo observa-se que:

1 - A cura em câmara úmida com 100% UR e temperatura ambiente, sem diálise, favorece as propriedades reológicas das argilas esmectíticas de cor vermelha em tempos rápidos de cura; ou seja de 15 a 60 min.

2 - A diálise favorece na melhoria das propriedades reológicas das argilas esmectíticas de cor verde-clara e vermelha. O mesmo não acontecendo às argilas do tipo sortida.

3 - A influência do  $\text{CO}_2$  é bastante prejudicial às propriedades reológicas das argilas esmectíticas em estudo.

4 - Os teores de carbonato e bicarbonato são sensivelmente corrigidos com o uso de métodos especiais como a diálise; porém com o uso de  $\text{CO}_2$ , o bicarbonato aumenta, sendo, provavelmente, um dos fatores prejudiciais às propriedades reológicas.

#### 4.2.3 - Terceiro Processo (Fluxograma III)

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas após tratamento com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila, e curadas em autoclave com 100% de UR na temperatura de 110°C estão apresentados nas Tabelas X e XII e Figuras 10 a 18. Esses resultados mostram que as argilas esmectíticas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida sem diálise, apresentam, nestas condições de cura, valores da viscosidade aparente, inferiores a 15,0 cP, especificados pela Petrobrás (1968) enquanto os valores da viscosidade plástica ficam sempre acima do especificado, observando-se elevados teores de carbonato e bicarbonato. Com o efeito da diálise, observa-se nesta mesma condição estudada, comportamento das propriedades reológicas semelhantes aos resultados sem diálise, porém, os teores de carbonato e bicarbonato diminuem.

Após o efeito da diálise com o uso de CO<sub>2</sub>, o mesmo comportamento foi observado, porém, os teores de carbonato continuaram a diminuir, enquanto os teores de bicarbonato aumentaram. Com o aumento da temperatura para 130°C (Tabela XIII a XV e Figuras 19 a 27) foi observado o mesmo comportamento descrito para a temperatura de 110°C para as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, sem diálise, após diálise e após diálise com o uso de CO<sub>2</sub>. Também foi observado o mesmo comportamento com relação aos teores de carbonato e bicarbonato.

Nesta mesma condição estudada, porém com o aumento da temperatura para 150°C (Tabela XVI a XVIII e Figuras 28 a 36)

Tabela X - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonatos de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR na Temperatura de 110°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	14,8	6,5	18,5	8,6	12,7
VERMELHA		12,9	6,0	16,0	7,0	11,6
SORTIDA		14,5	6,5	17,3	15,4	9,8
VERDE CLARA	30	14,3	5,8	17,8	8,8	12,7
VERMELHA		12,0	7,8	16,8	9,0	11,2
SORTIDA		12,7	6,3	17,8	18,4	5,1
VERDE CLARA	45	13,3	5,3	18,5	10,8	14,7
VERMELHA		11,0	6,0	19,5	13,8	12,7
SORTIDA		9,3	5,0	20,5	13,8	12,5
VERDE CLARA	60	12,9	5,8	21,0	9,2	16,4
VERMELHA		9,9	5,7	20,0	15,0	9,0
SORTIDA		8,3	5,0	22,5	15,0	9,8
VERDE CLARA	75	14,5	5,0	19,0	11,8	10,7
VERMELHA		12,8	5,5	16,5	12,0	8,0
SORTIDA		11,7	5,3	19,5	10,8	10,7
VERDE CLARA	90	11,9	4,8	20,5	9,2	11,4
VERMELHA		11,0	5,2	19,5	10,4	11,6
SORTIDA		12,2	5,8	20,0	10,0	10,0

Tabela XI - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argilas e Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	8,8	6,5	20,0	4,4	3,6
VERMELHA		7,7	5,8	16,5	4,0	3,2
SORTIDA		9,3	7,5	16,3	2,2	2,8
VERDE CLARA	30	9,5	7,5	21,0	2,4	3,9
VERMELHA		7,4	6,3	19,0	1,4	1,5
SORTIDA		9,0	7,5	16,5	0,6	2,3
VERDE CLARA	45	9,4	6,8	21,5	3,2	4,9
VERMELHA		9,0	6,5	17,0	4,8	2,0
SORTIDA		7,0	5,0	19,0	2,4	4,7
VERDE CLARA	60	8,0	5,5	22,0	4,0	5,0
VERMELHA		7,7	5,8	18,5	4,0	2,0
SORTIDA		6,3	5,3	20,0	3,2	3,3
VERDE CLARA	75	8,8	5,5	22,0	3,8	4,4
VERMELHA		7,3	4,2	19,0	2,2	4,6
SORTIDA		7,8	4,0	19,0	2,2	4,8
VERDE CLARA	90	8,2	5,3	21,5	3,4	4,6
VERMELHA		6,9	4,8	19,0	2,2	4,8
SORTIDA		7,5	5,2	20,5	3,2	5,5

**Tabela XII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonatos e Bicarbonatos das Argilas Esmeclíticas de Boa-Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR, na Temperatura de 110°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	12,3	8,0	23,0	0,0	5,5
VERMELHA		11,4	7,3	18,0	0,4	6,0
SORTIDA		11,8	7,5	17,0	0,6	5,1
VERDE CLARA	30	10,9	7,3	21,0	0,0	6,6
VERMELHA		10,9	7,5	17,5	1,6	4,8
SORTIDA		12,0	6,3	20,5	1,6	5,8
VERDE CLARA	45	8,3	5,5	24,0	0,0	4,4
VERMELHA		8,5	6,5	18,5	0,0	4,0
SORTIDA		7,2	5,3	18,5	0,0	3,0
VERDE CLARA	60	11,3	6,5	26,0	0,0	6,4
VERMELHA		9,3	5,5	21,5	0,0	5,2
SORTIDA		7,5	5,0	20,8	0,0	4,3
VERDE CLARA	75	18,5	7,0	22,7	2,0	9,4
VERMELHA		15,4	5,5	16,9	2,4	8,5
SORTIDA		18,3	6,0	18,6	2,0	8,6
VERDE CLARA	90	13,0	5,5	24,1	1,2	9,4
VERMELHA		13,0	5,5	20,3	2,6	8,7
SORTIDA		12,4	5,8	21,5	1,2	8,4

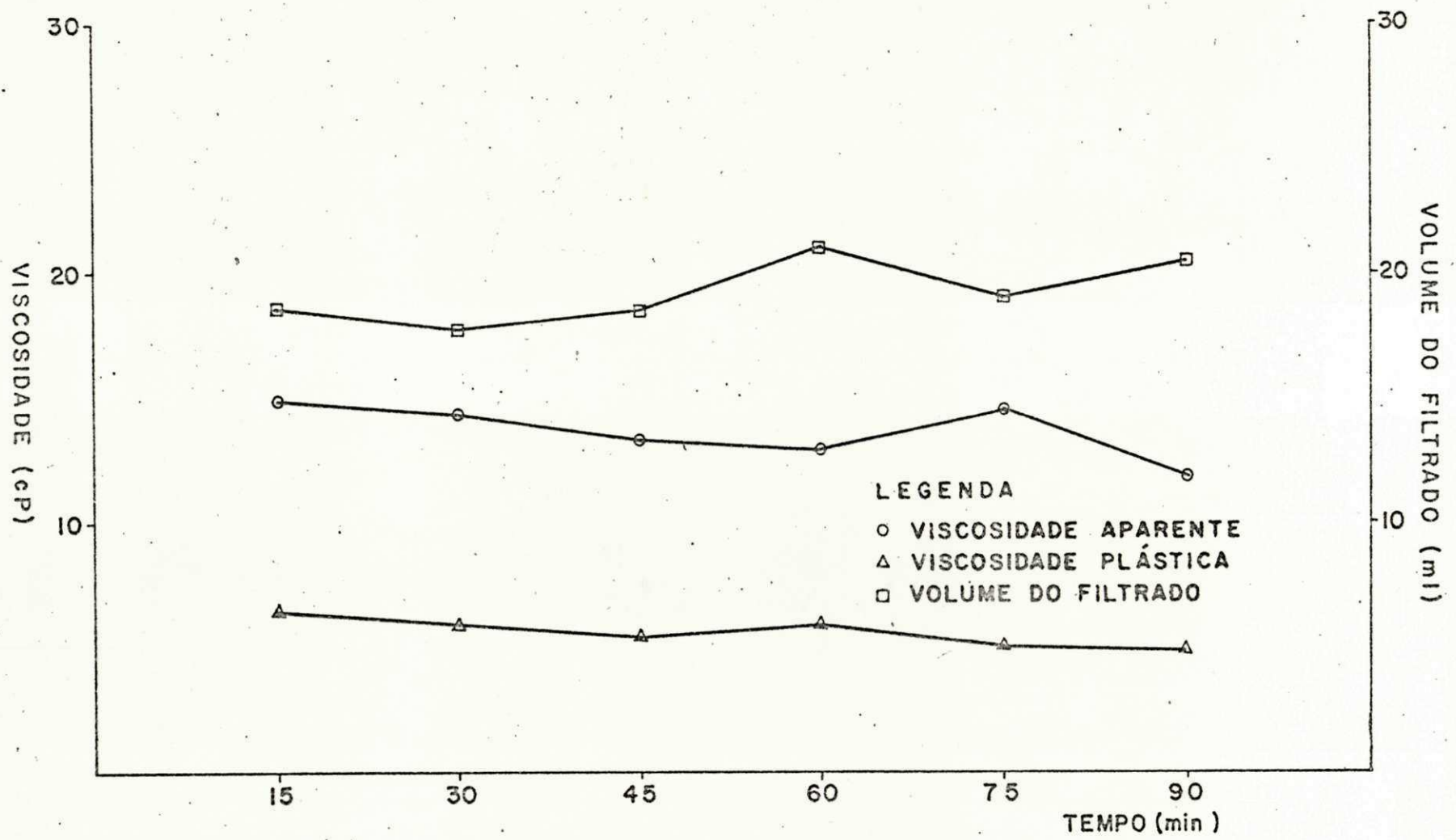


Figura 10 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise



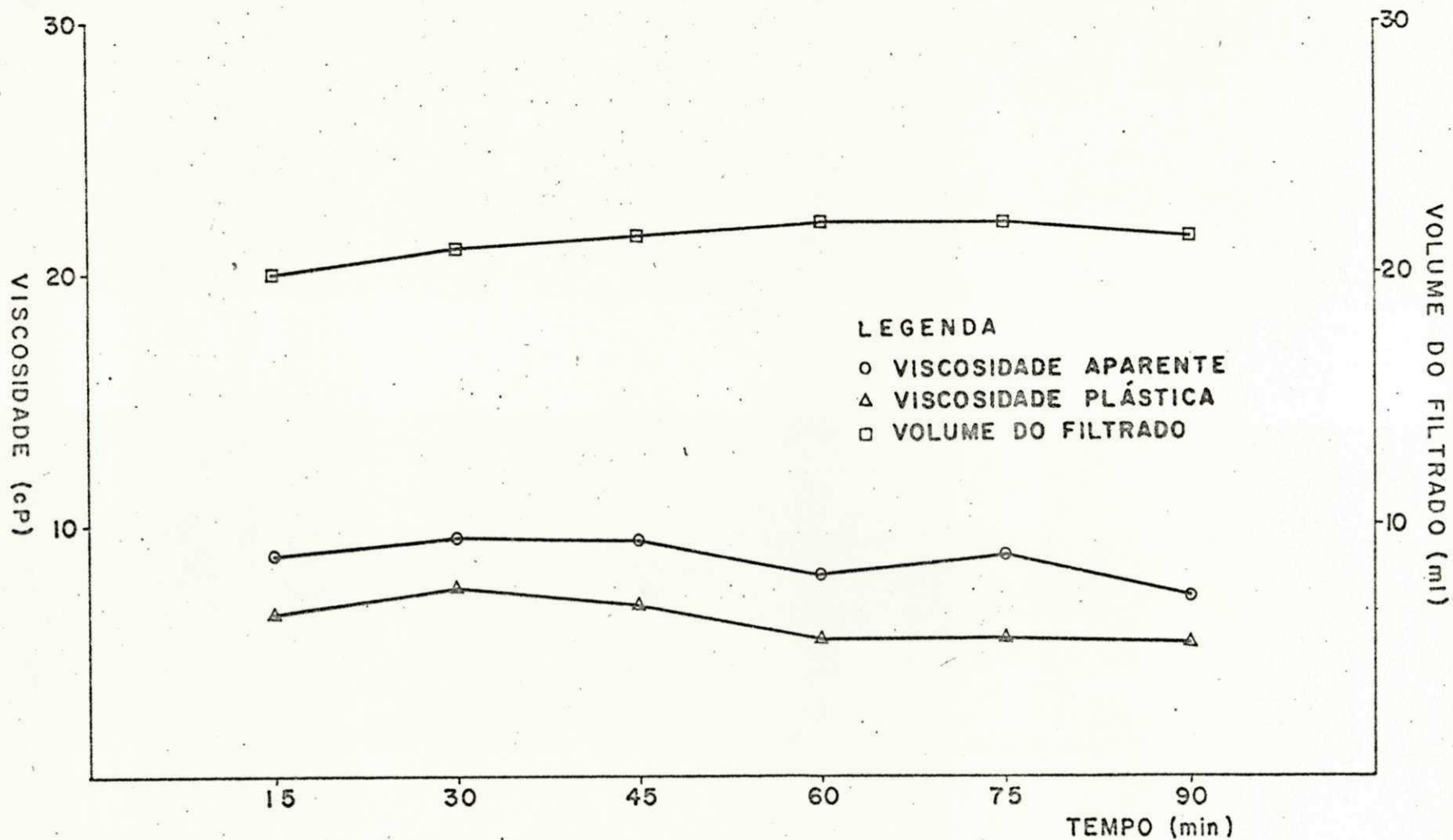


Figura 11 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

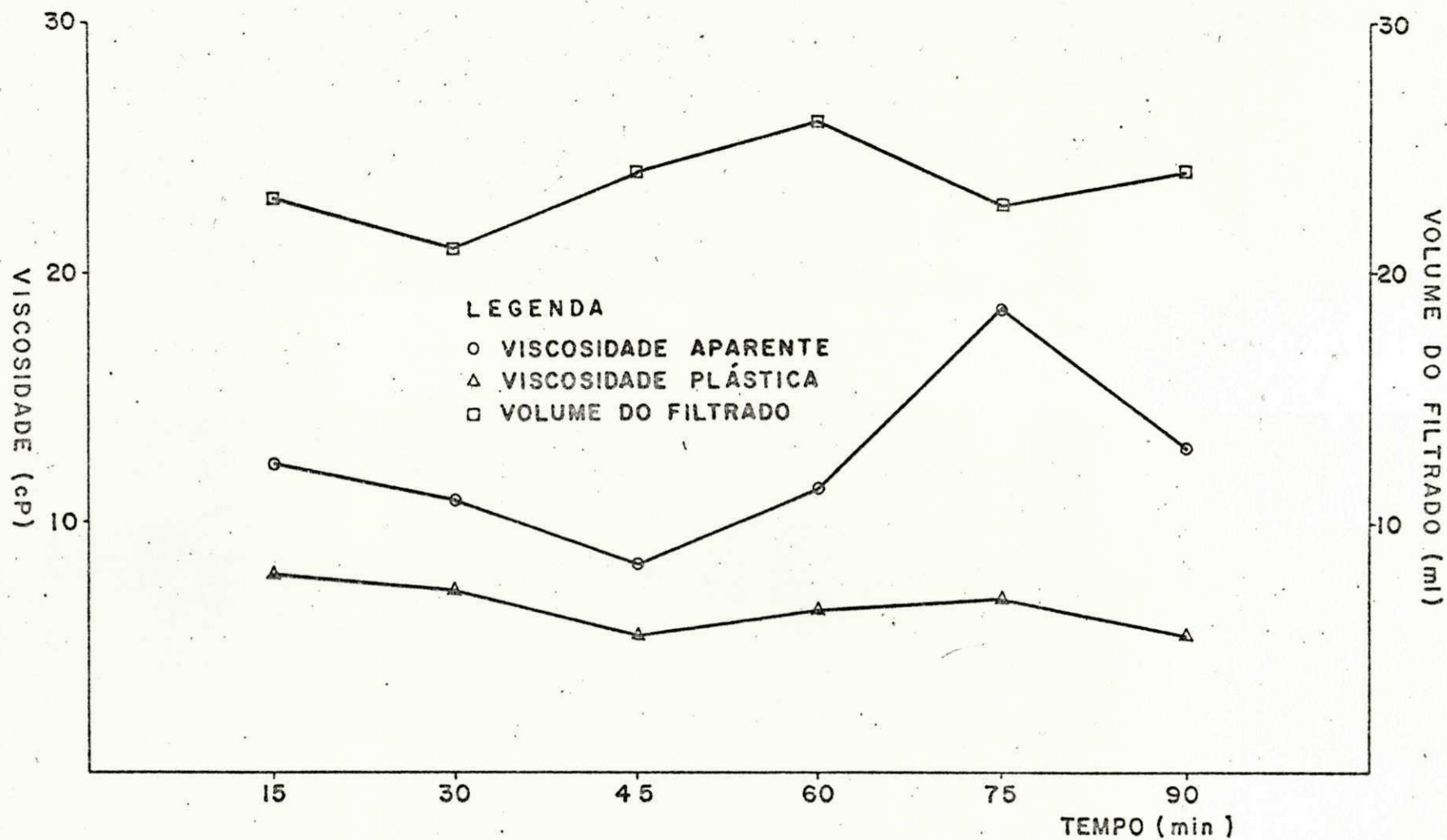


Figura 12 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

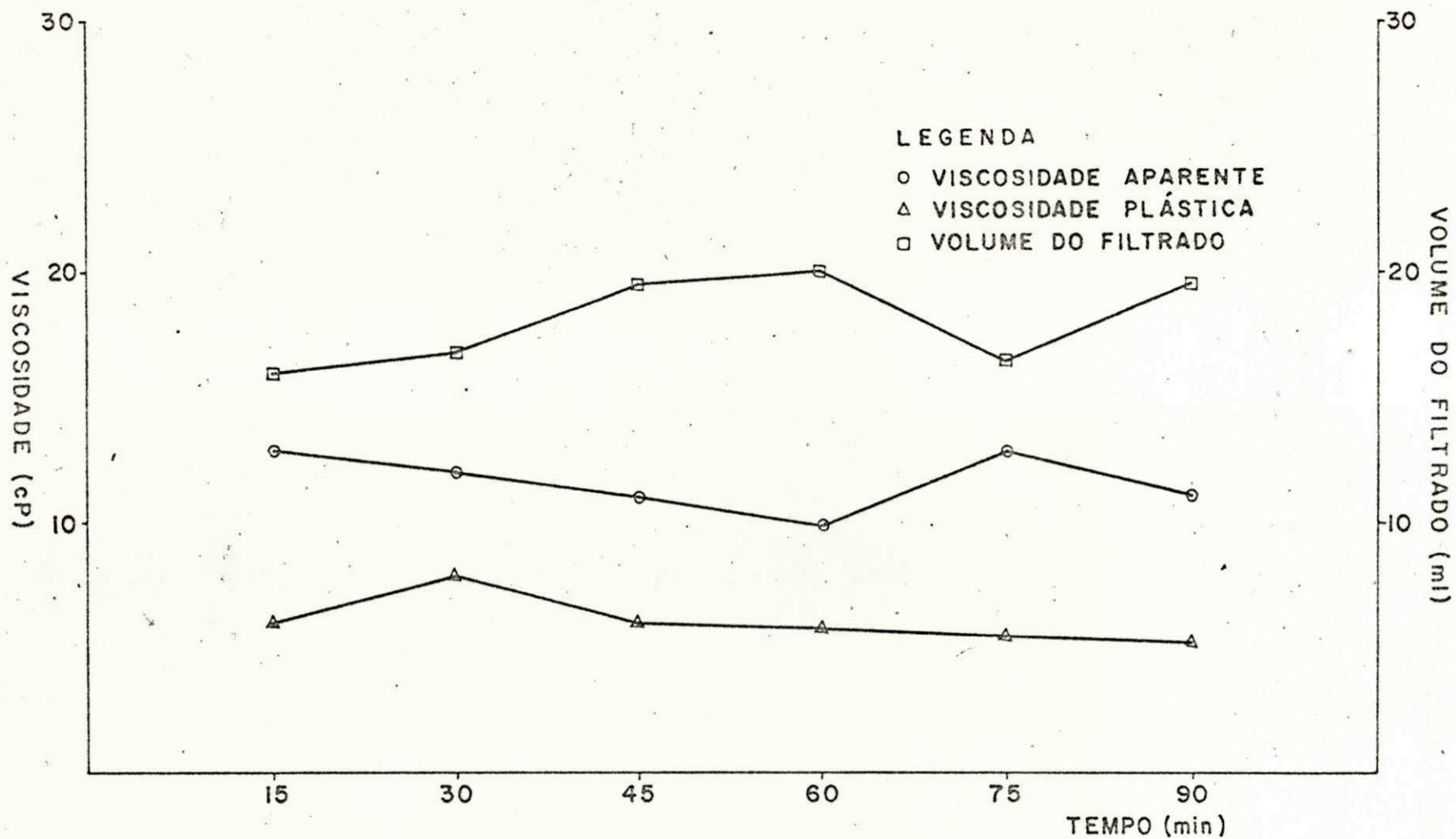


Figura 13 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curadas em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

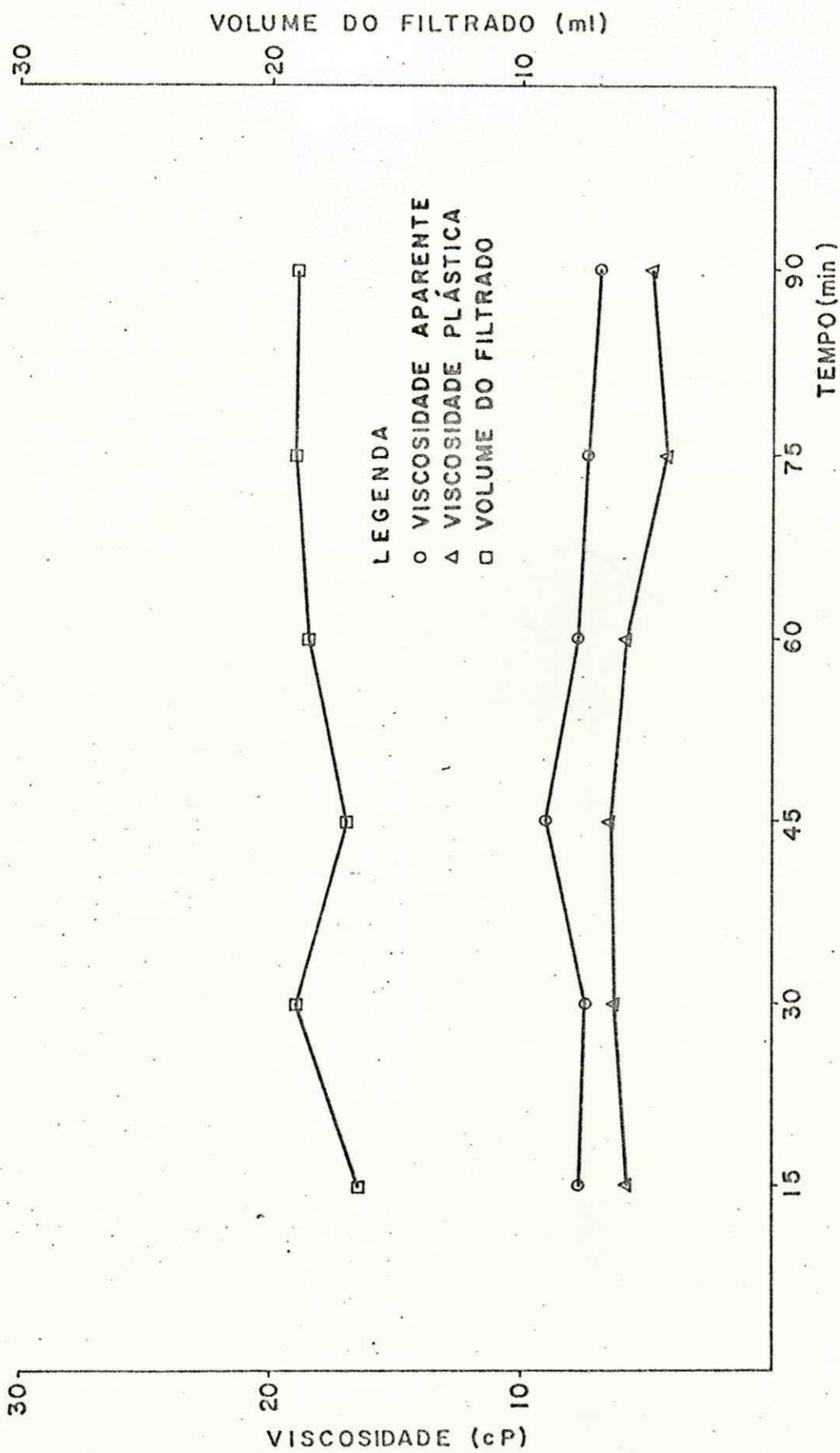


Figura 14 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

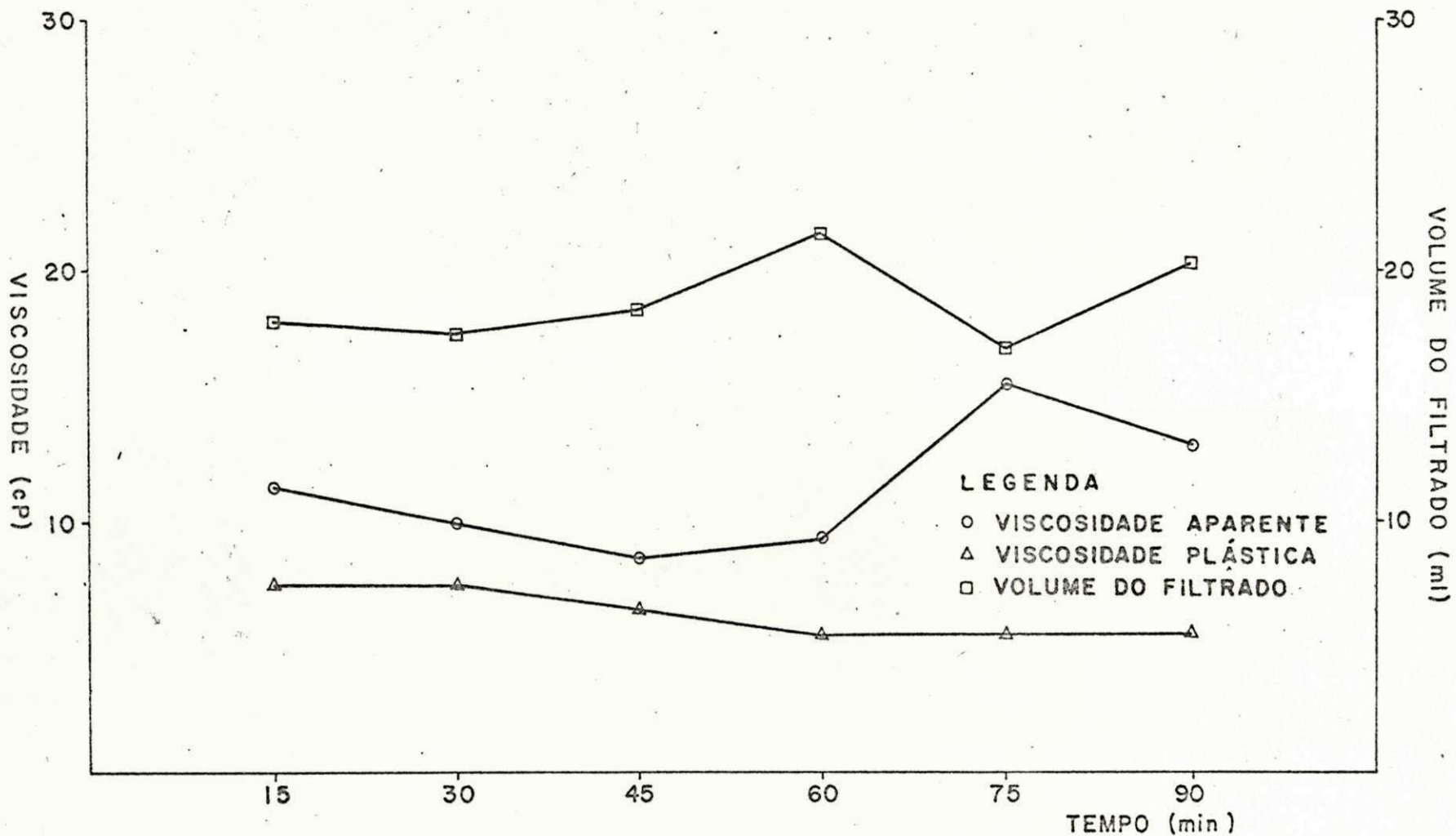


Figura 15 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

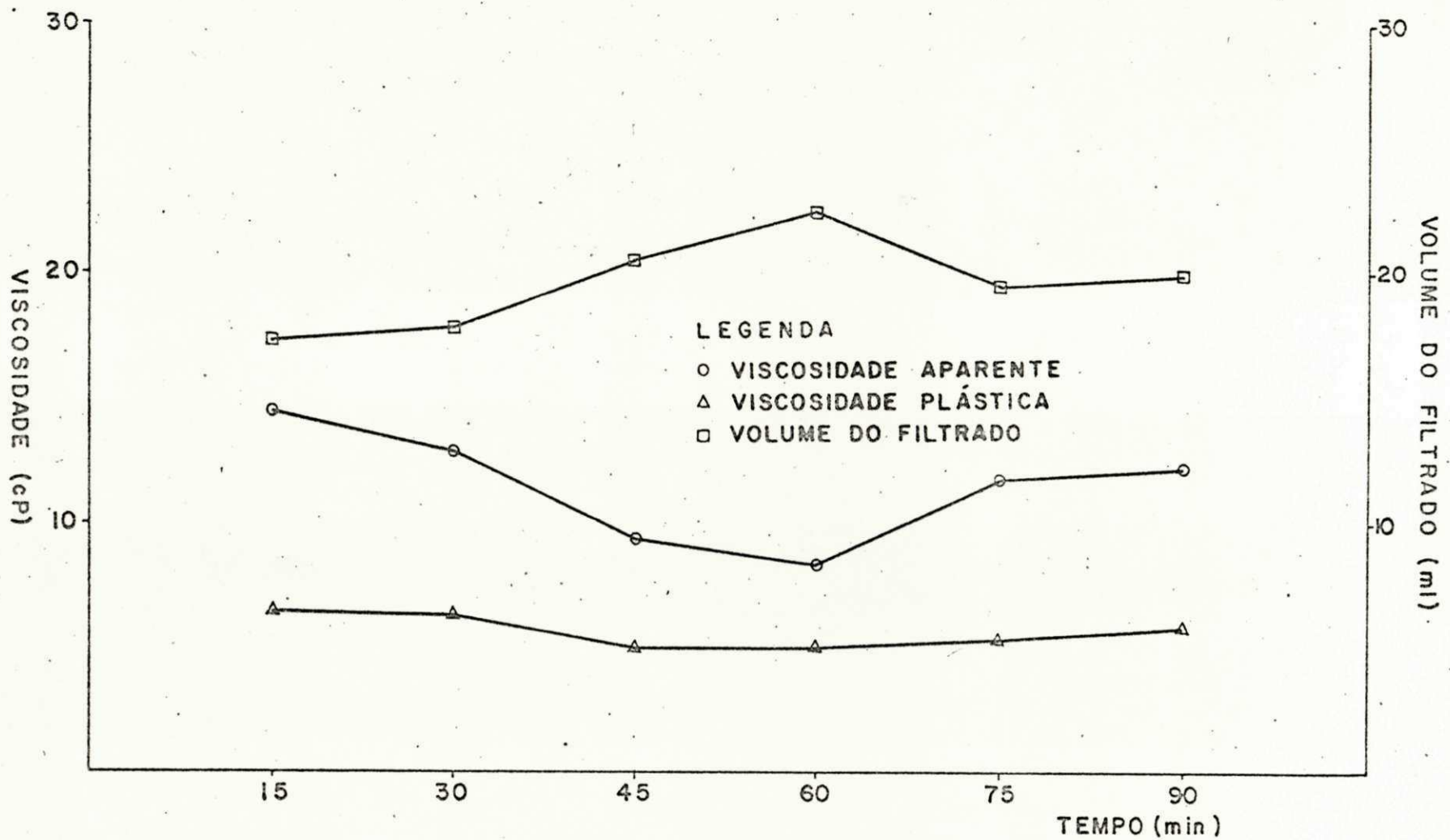


Figura 16 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curadas em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

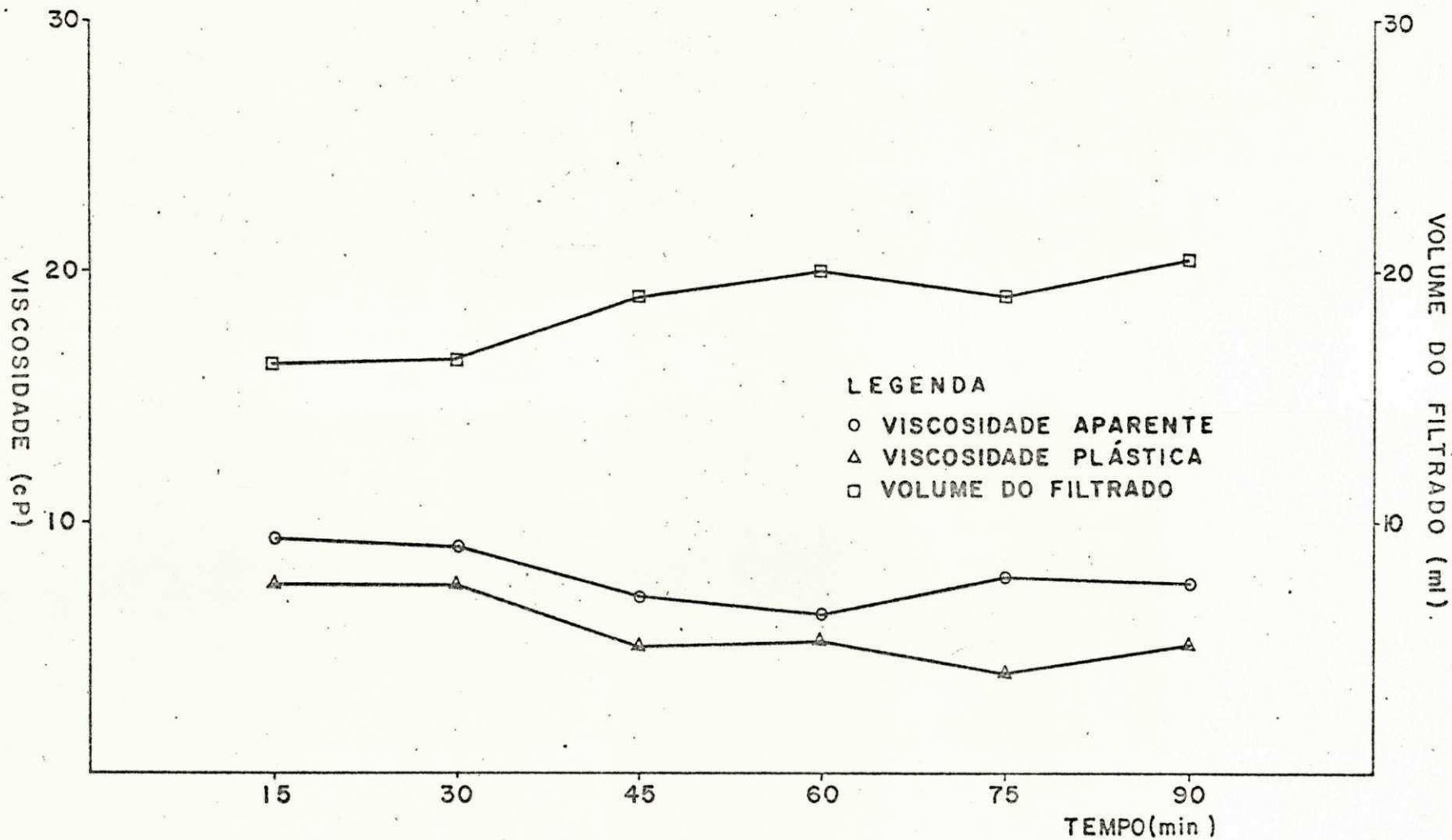


Figura 17 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

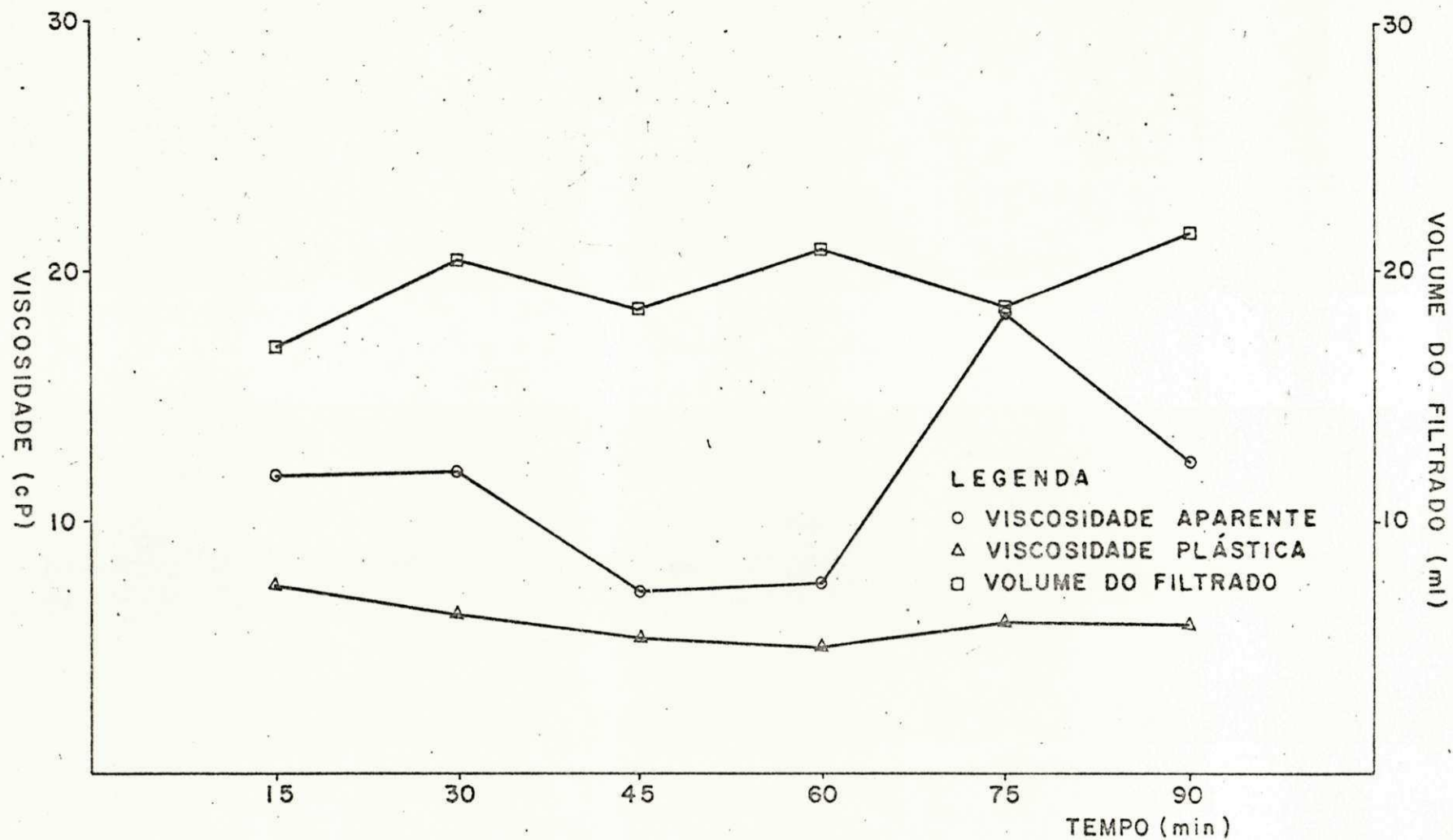


Figura 18 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>.



**Tabela XIII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	11,8	6,7	19,5	12,4	8,6
VERMELHA		8,2	4,3	19,3	14,0	6,0
SORTIDA		10,1	4,8	20,2	12,4	7,6
VERDE CLARA	30	10,3	4,0	22,5	12,0	9,2
VERMELHA		8,9	4,8	19,8	12,0	8,8
SORTIDA		9,3	5,0	21,7	10,8	10,2
VERDE CLARA	45	9,3	5,7	23,6	10,4	11,6
VERMELHA		5,5	4,0	27,5	9,2	11,6
SORTIDA		7,0	4,2	24,4	10,0	10,0
VERDE CLARA	60	9,4	6,0	21,5	14,0	6,6
VERMELHA		7,7	4,5	20,0	12,8	6,6
SORTIDA		9,2	4,8	21,4	14,0	5,0
VERDE CLARA	75	7,7	3,3	23,6	10,8	9,6
VERMELHA		6,2	3,5	24,2	12,4	6,4
SORTIDA		6,1	4,3	25,3	12,0	7,2
VERDE CLARA	90	6,3	4,3	24,4	12,4	7,8
VERMELHA		5,5	4,0	24,7	12,4	7,8
SORTIDA		6,8	4,5	25,6	13,2	6,6

Tabela XIV - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	7,3	5,5	21,1	3,6	3,4
VERMELHA		7,5	4,0	17,5	3,2	3,4
SORTIDA		6,5	4,0	18,0	2,0	4,0
VERDE CLARA	30	8,0	6,0	21,4	4,0	4,2
VERMELHA		6,8	4,0	17,2	2,8	4,0
SORTIDA		7,5	4,0	18,9	2,8	4,6
VERDE CLARA	45	8,8	6,5	21,4	2,8	6,2
VERMELHA		6,8	5,0	22,5	2,0	4,6
SORTIDA		6,5	4,5	20,2	3,2	5,6
VERDE CLARA	60	7,0	5,0	23,3	2,8	6,2
VERMELHA		6,0	4,0	20,2	2,8	4,2
SORTIDA		6,8	4,0	21,4	3,6	3,6
VERDE CLARA	75	7,5	5,0	22,8	3,2	6,4
VERMELHA		6,5	5,5	20,8	3,2	4,8
SORTIDA		6,5	4,5	22,0	3,2	3,8
VERDE CLARA	90	7,0	4,0	22,8	3,2	6,0
VERMELHA		6,5	4,5	22,2	3,2	5,0
SORTIDA		7,0	4,5	21,6	3,2	5,2

**Tabela XV** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	14,0	6,0	17,0	0,8	7,8
VERMELHA		10,0	6,0	18,0	1,2	6,2
SORTIDA		11,0	5,0	17,6	0,8	7,8
VERDE CLARA	30	14,3	6,0	21,2	1,2	8,8
VERMELHA		8,5	5,0	19,6	0,8	7,0
SORTIDA		9,3	5,0	21,4	0,8	7,8
VERDE CLARA	45	11,5	4,5	20,1	1,6	6,8
VERMELHA		9,0	4,0	20,8	1,2	9,2
SORTIDA		7,8	4,5	24,4	0,8	8,8
VERDE CLARA	60	13,0	6,0	20,2	1,2	8,6
VERMELHA		9,5	5,0	19,2	1,6	7,2
SORTIDA		10,0	5,0	20,8	2,0	6,4
VERDE CLARA	75	10,0	5,5	21,7	1,2	9,0
VERMELHA		7,5	4,0	23,2	2,4	7,6
SORTIDA		8,0	4,0	22,5	1,6	7,8
VERDE CLARA	90	7,0	4,0	23,0	0,8	10,2
VERMELHA		5,5	4,0	25,0	2,0	7,6
SORTIDA		6,5	4,0	25,6	1,6	9,0

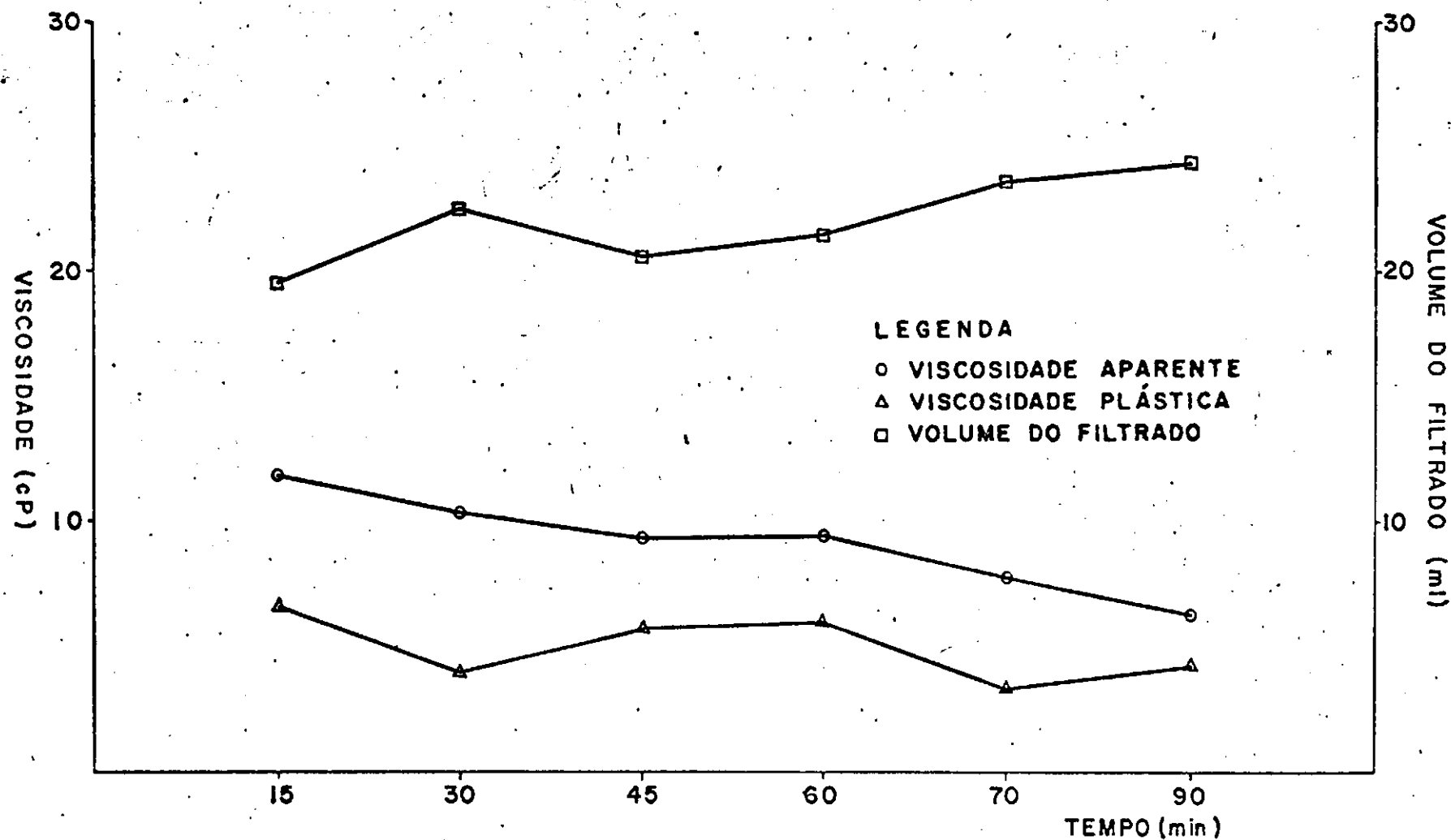


Figura 19 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

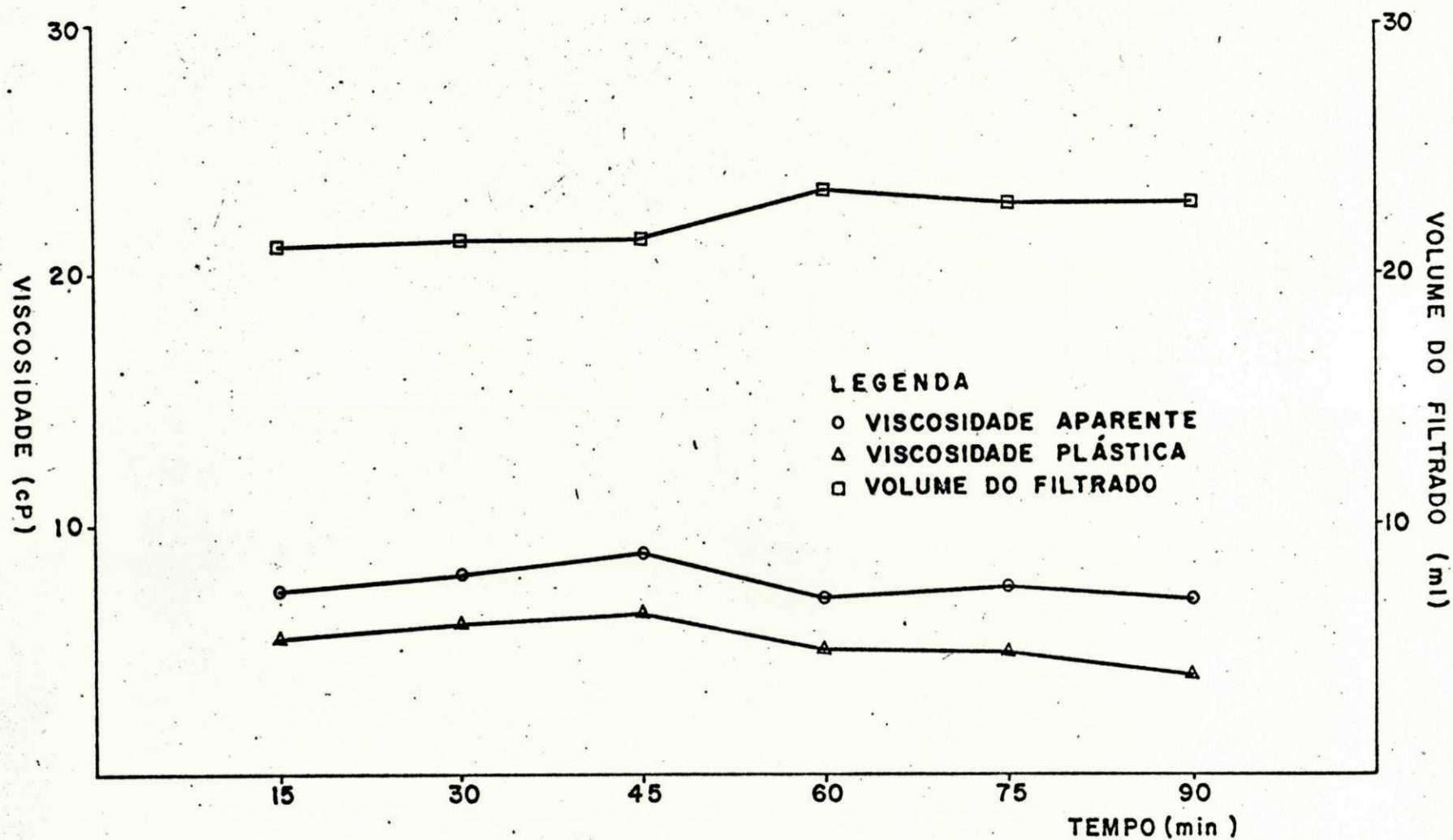


Figura 20 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

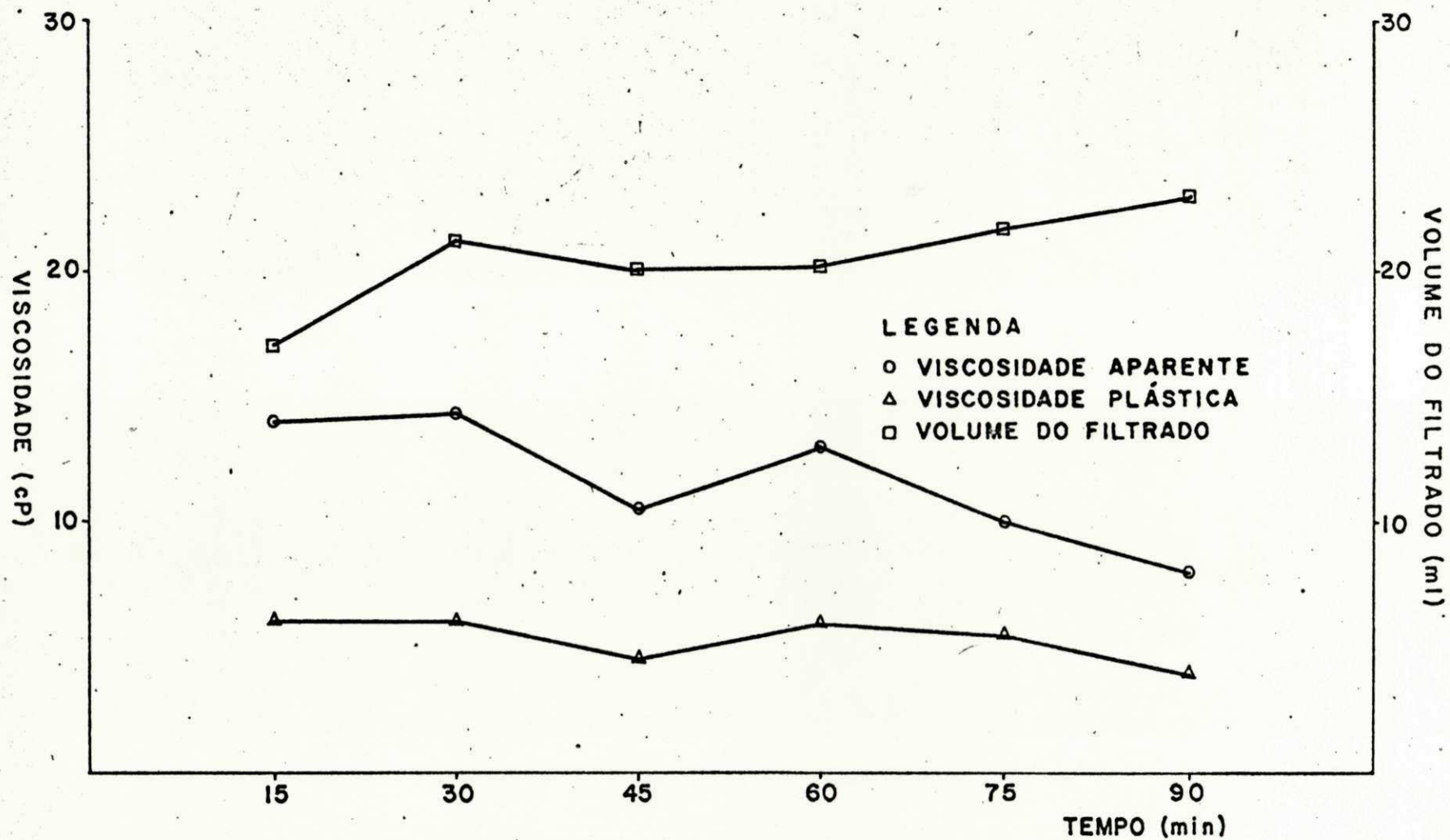


Figura 21 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

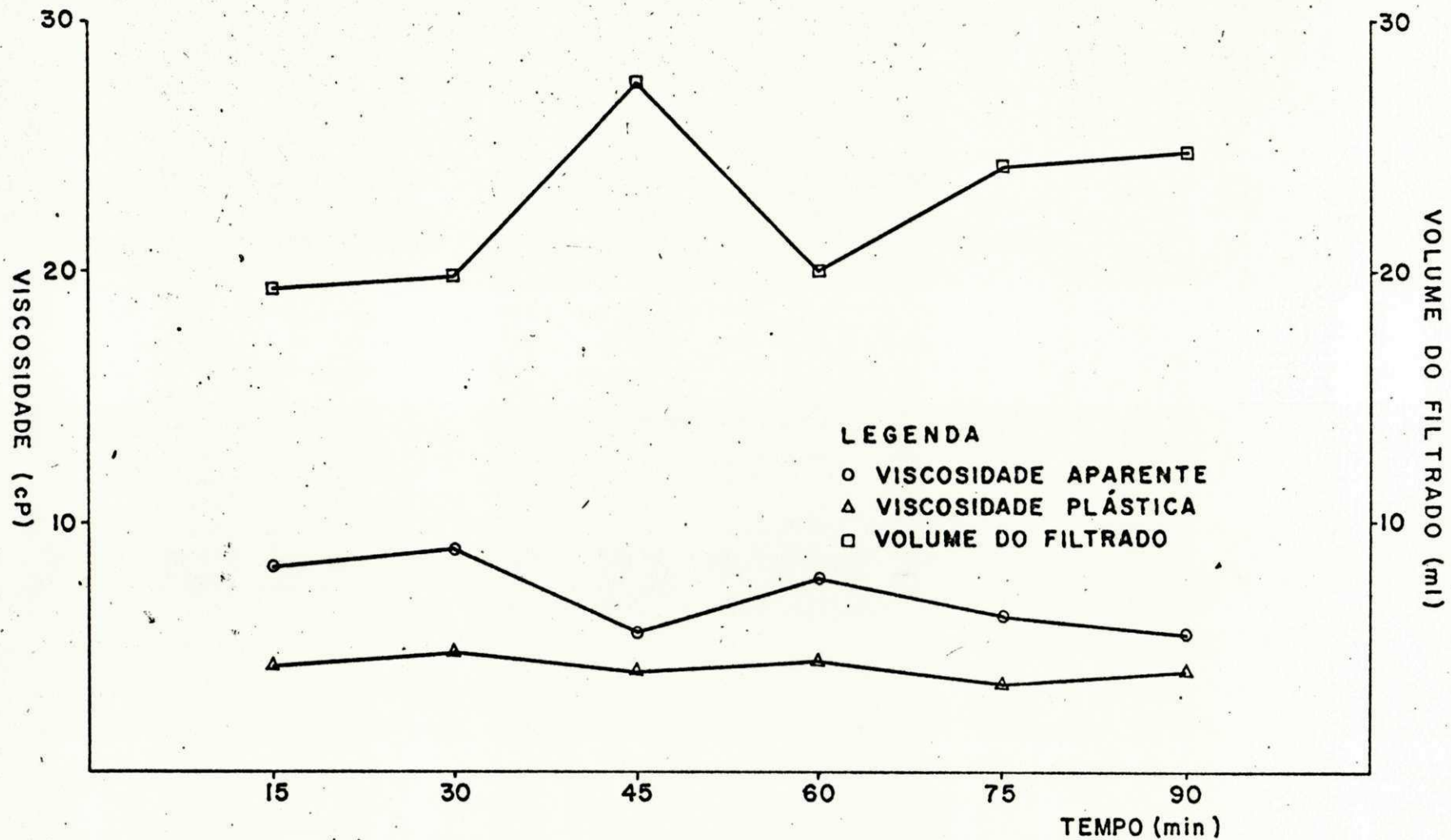


Figura 22 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

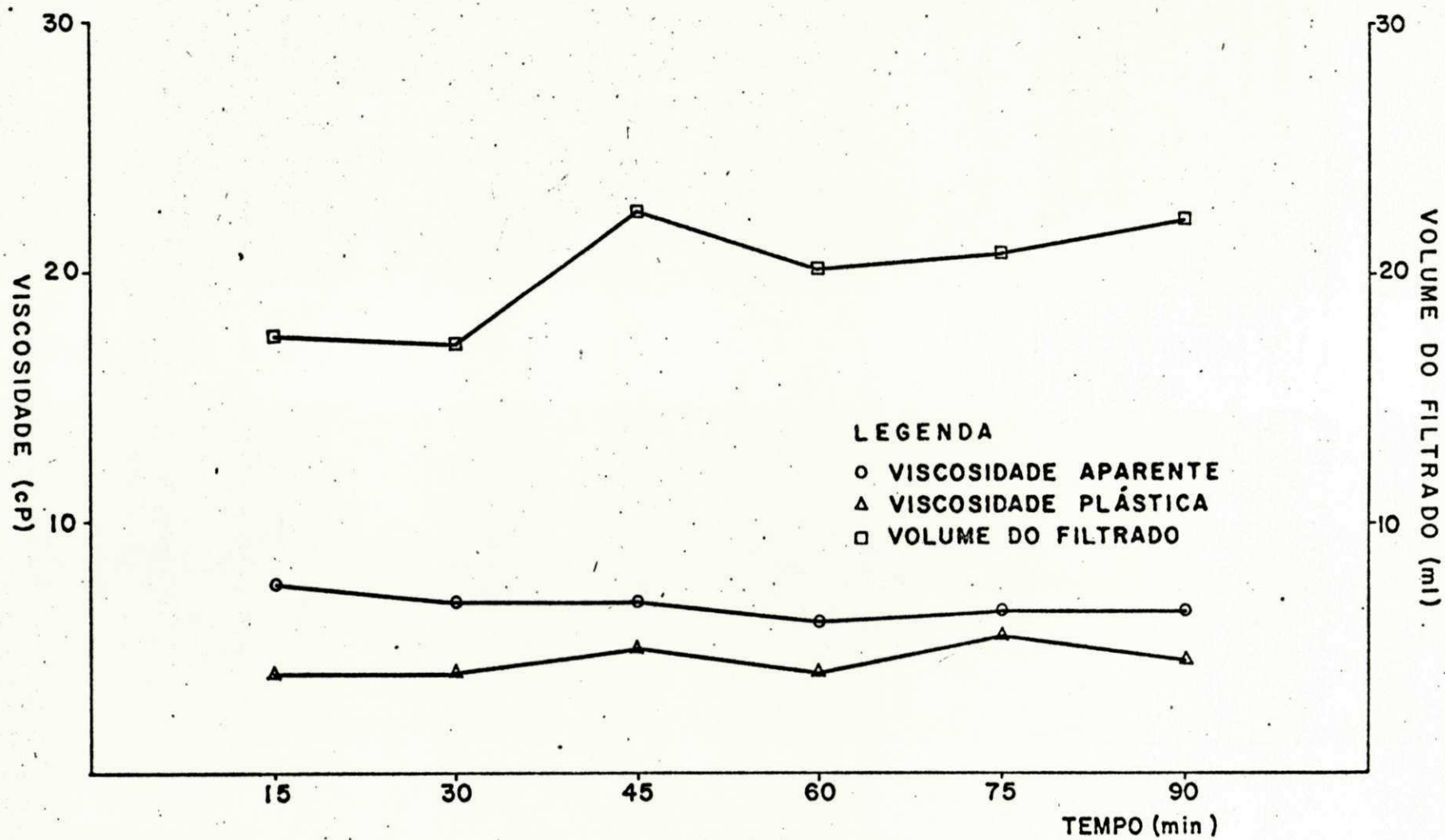


Figura 23 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de ARGILAS Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise



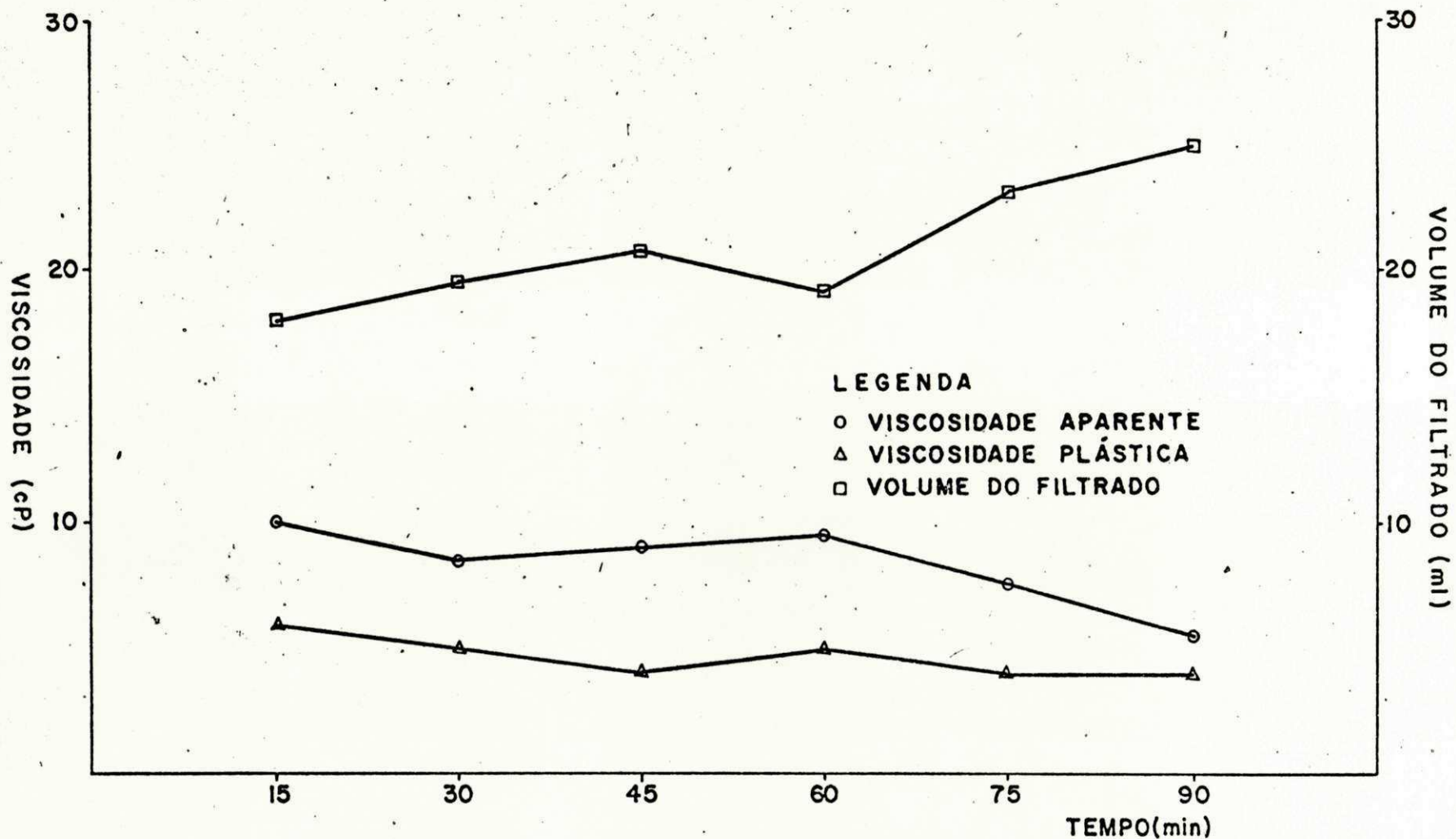


Figura 24 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

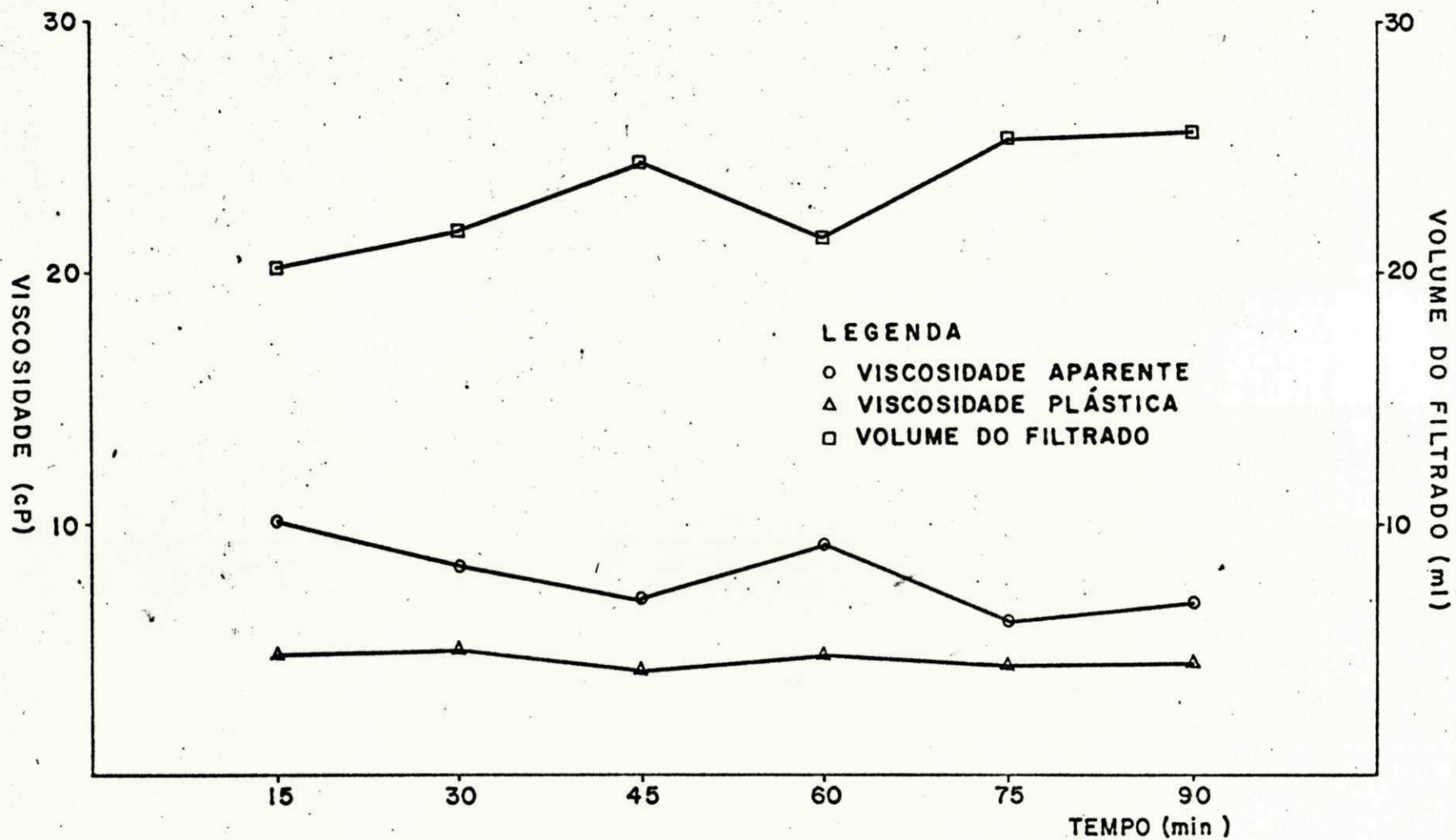


Figura 25 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% de U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

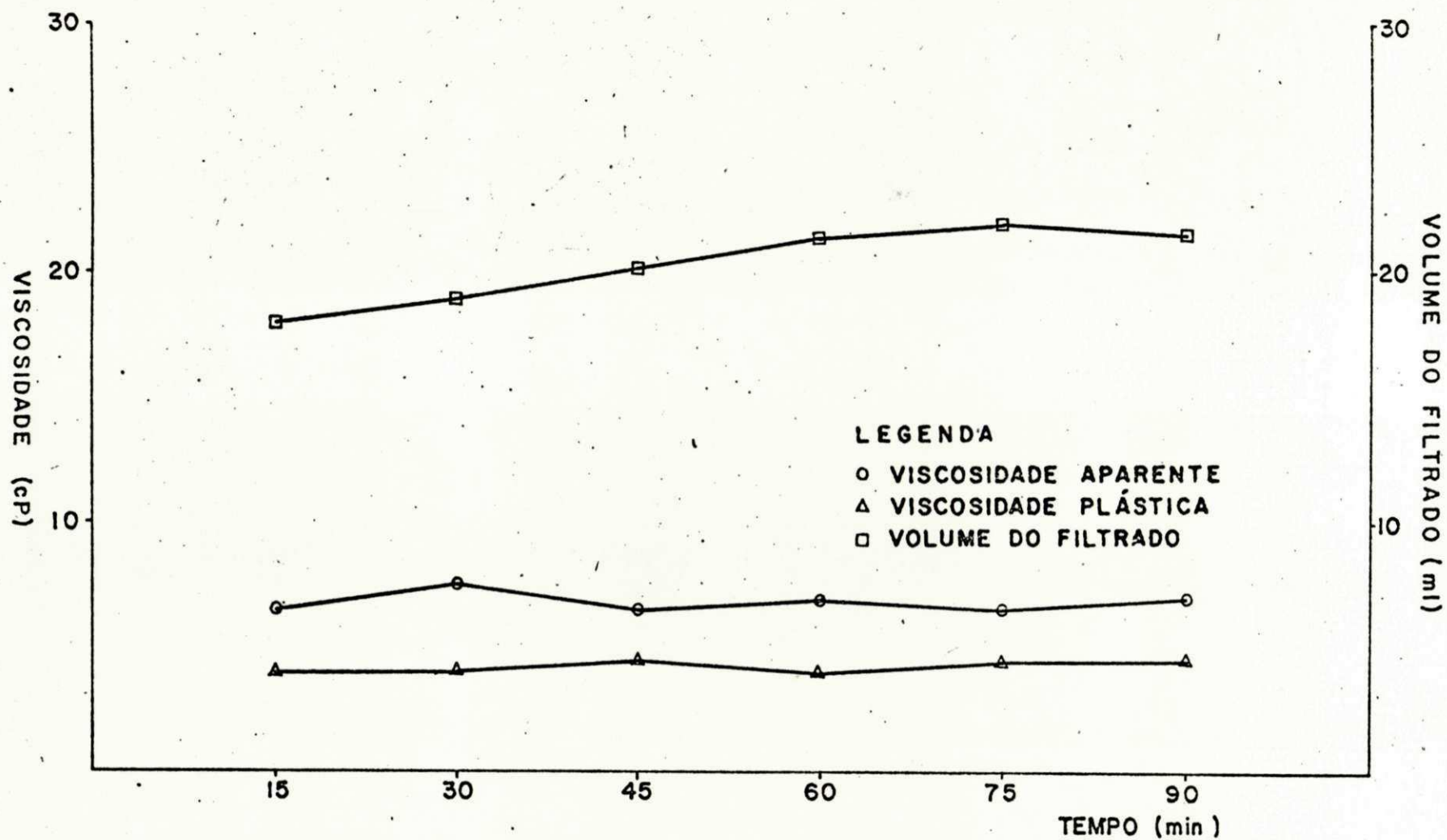


Figura 26 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

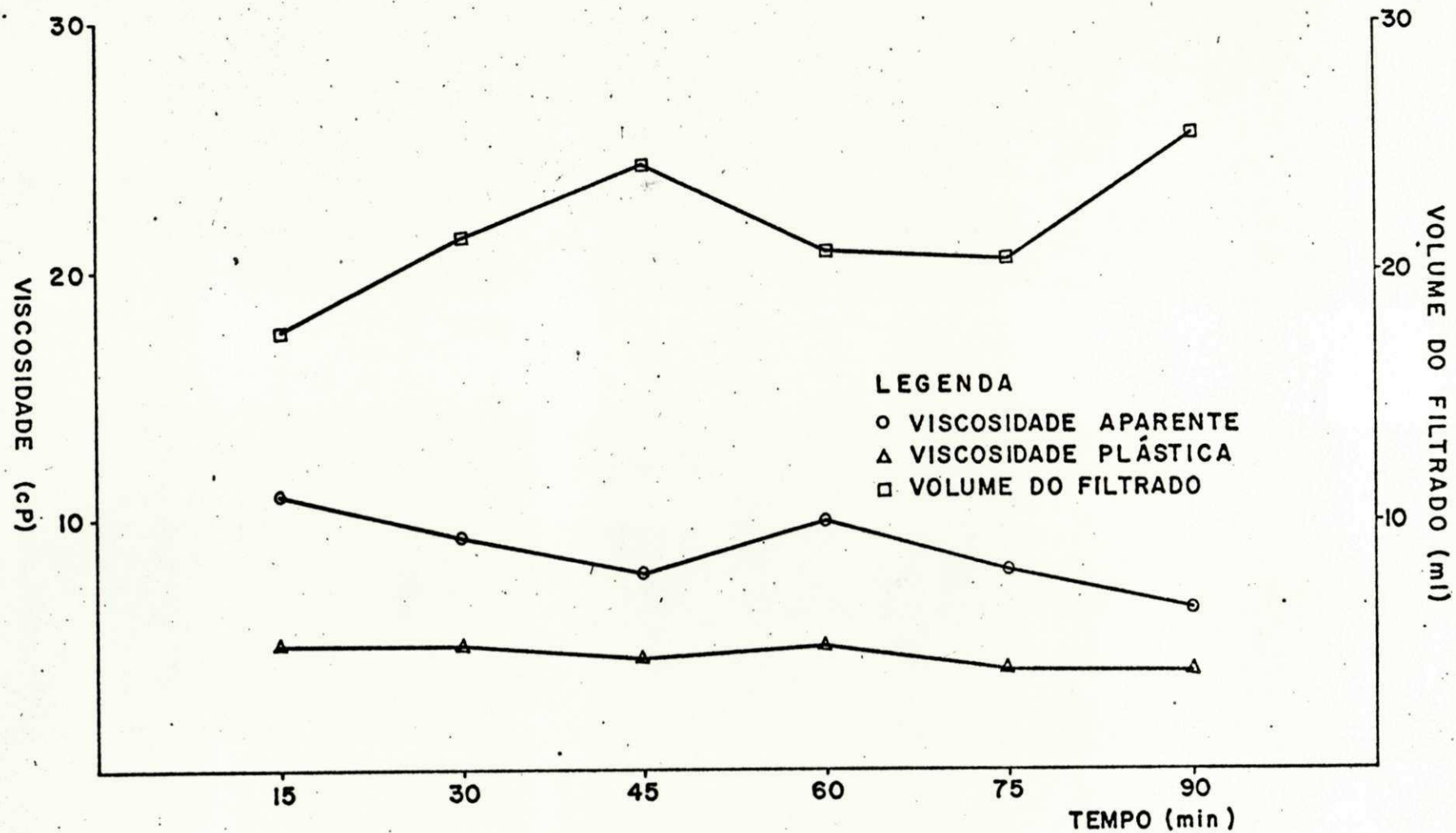


Figura 27 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

**Tabela XVI** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	4,3	3,0	27,1	8,0	9,6
VERMELHA		4,6	3,3	29,5	12,0	7,6
SORTIDA		4,5	3,0	29,8	11,6	7,6
VERDE CLARA	30	4,8	3,2	25,6	10,4	6,2
VERMELHA		4,1	3,0	28,4	10,8	6,6
SORTIDA		4,5	3,5	28,4	13,2	4,0
VERDE CLARA	45	5,4	3,5	25,3	8,4	4,8
VERMELHA		4,0	3,0	29,5	10,8	6,6
SORTIDA		4,3	3,0	28,4	9,6	4,4
VERDE CLARA	60	3,9	2,5	30,8	8,8	5,6
VERMELHA		5,0	3,0	29,2	10,0	4,0
SORTIDA		4,3	3,0	28,6	8,8	5,2
VERDE CLARA	75	4,3	2,5	31,4	7,6	6,0
VERMELHA		4,5	3,0	30,0	6,8	7,2
SORTIDA		4,6	3,0	29,2	8,0	4,6
VERDE CLARA	90	3,9	2,0	30,8	8,0	5,0
VERMELHA		4,0	2,5	29,5	9,2	4,2
SORTIDA		4,1	3,0	28,4	8,4	8,4

**Tabela XVII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR na Temperatura de 150°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	5,0	4,0	24,2	2,0	4,6
VERMELHA		5,0	4,0	25,8	2,0	4,6
SORTIDA		5,0	4,0	25,0	2,8	4,0
VERDE CLARA	30	6,3	4,0	25,0	2,0	4,6
VERMELHA		5,0	3,0	25,3	1,2	3,4
SORTIDA		5,5	4,0	25,0	1,6	3,2
VERDE CLARA	45	5,5	4,5	23,8	0,8	3,2
VERMELHA		4,8	3,5	28,4	1,2	3,6
SORTIDA		4,8	3,0	25,0	1,6	2,4
VERDE CLARA	60	4,8	3,0	28,6	2,0	3,8
VERMELHA		5,3	3,5	25,3	1,2	2,4
SORTIDA		4,5	2,0	26,4	1,6	2,4
VERDE CLARA	75	4,0	3,0	29,5	1,6	3,6
VERMELHA		4,5	3,0	27,5	0,8	3,2
SORTIDA		4,3	3,5	26,4	1,2	3,2
VERDE CLARA	90	4,0	2,5	30,0	2,4	3,6
VERMELHA		5,0	3,0	27,0	2,0	2,4
SORTIDA		4,8	3,5	26,4	1,2	2,6

Tabela XVIII - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila e Curadas em Autoclave com 100% UR na Temperatura de 150°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	4,8	4,0	23,9	0,8	6,6
VERMELHA		6,8	4,5	23,6	1,2	5,8
SORTIDA		4,8	4,0	25,2	1,2	5,4
VERDE CLARA	30	5,5	4,0	22,5	1,2	5,6
VERMELHA		5,0	3,0	23,9	0,8	5,8
SORTIDA		5,0	4,0	22,6	1,2	4,8
VERDE CLARA	45	6,0	4,0	23,0	0,8	6,4
VERMELHA		5,0	3,0	25,0	1,6	6,0
SORTIDA		4,5	4,0	25,0	0,8	5,6
VERDE CLARA	60	5,0	3,0	28,4	1,2	8,2
VERMELHA		6,5	2,5	23,6	1,2	6,4
SORTIDA		5,8	4,0	23,0	1,2	5,8
VERDE CLARA	75	4,0	2,0	26,1	0,8	5,6
VERMELHA		4,5	3,0	24,2	0,4	5,0
SORTIDA		4,3	3,0	25,6	1,2	5,4
VERDE CLARA	90	4,8	2,5	26,5	1,2	5,6
VERMELHA		5,0	3,0	24,7	0,4	3,6
SORTIDA		4,5	4,0	25,6	0,4	4,8

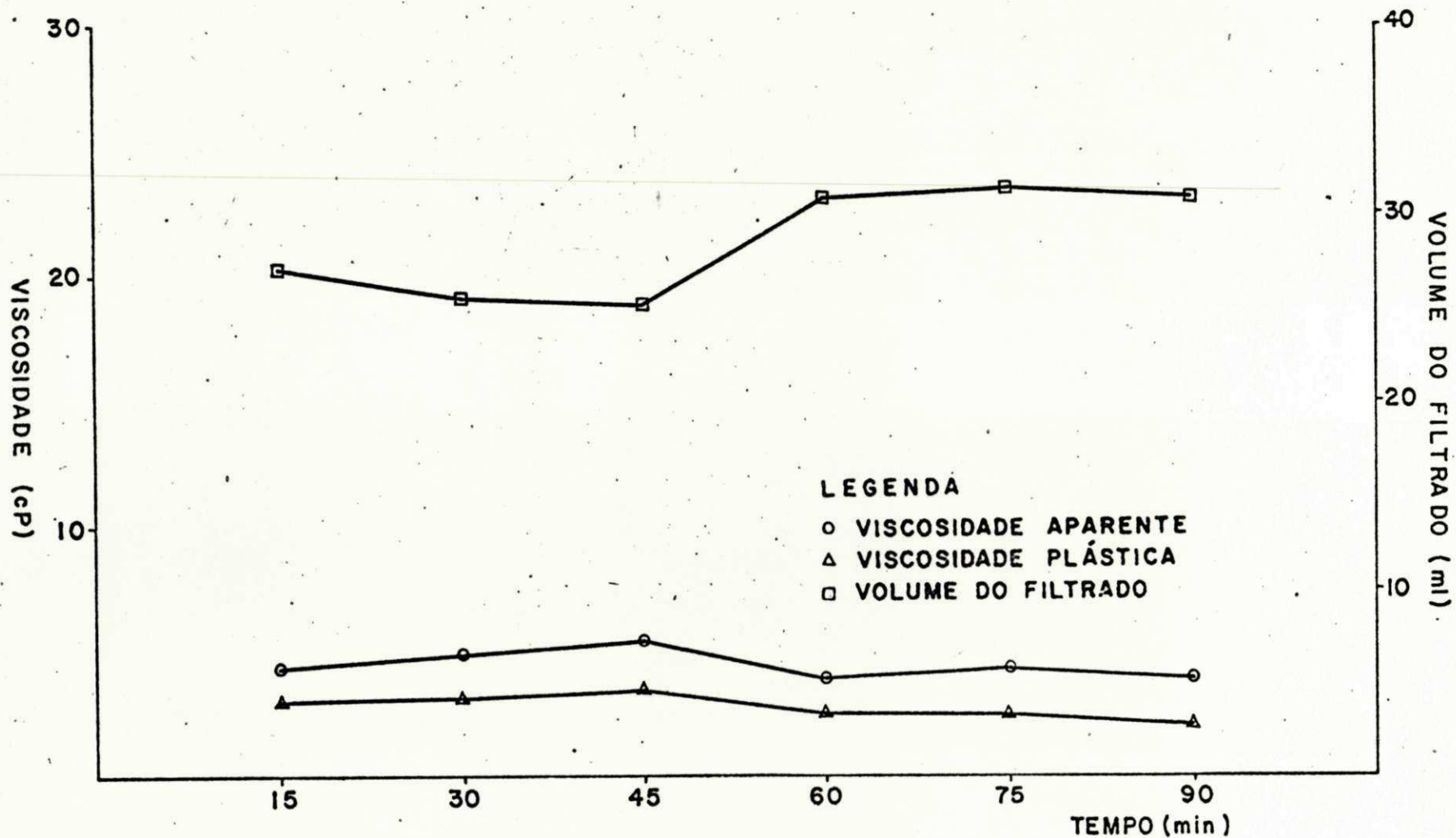


Figura 28 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise



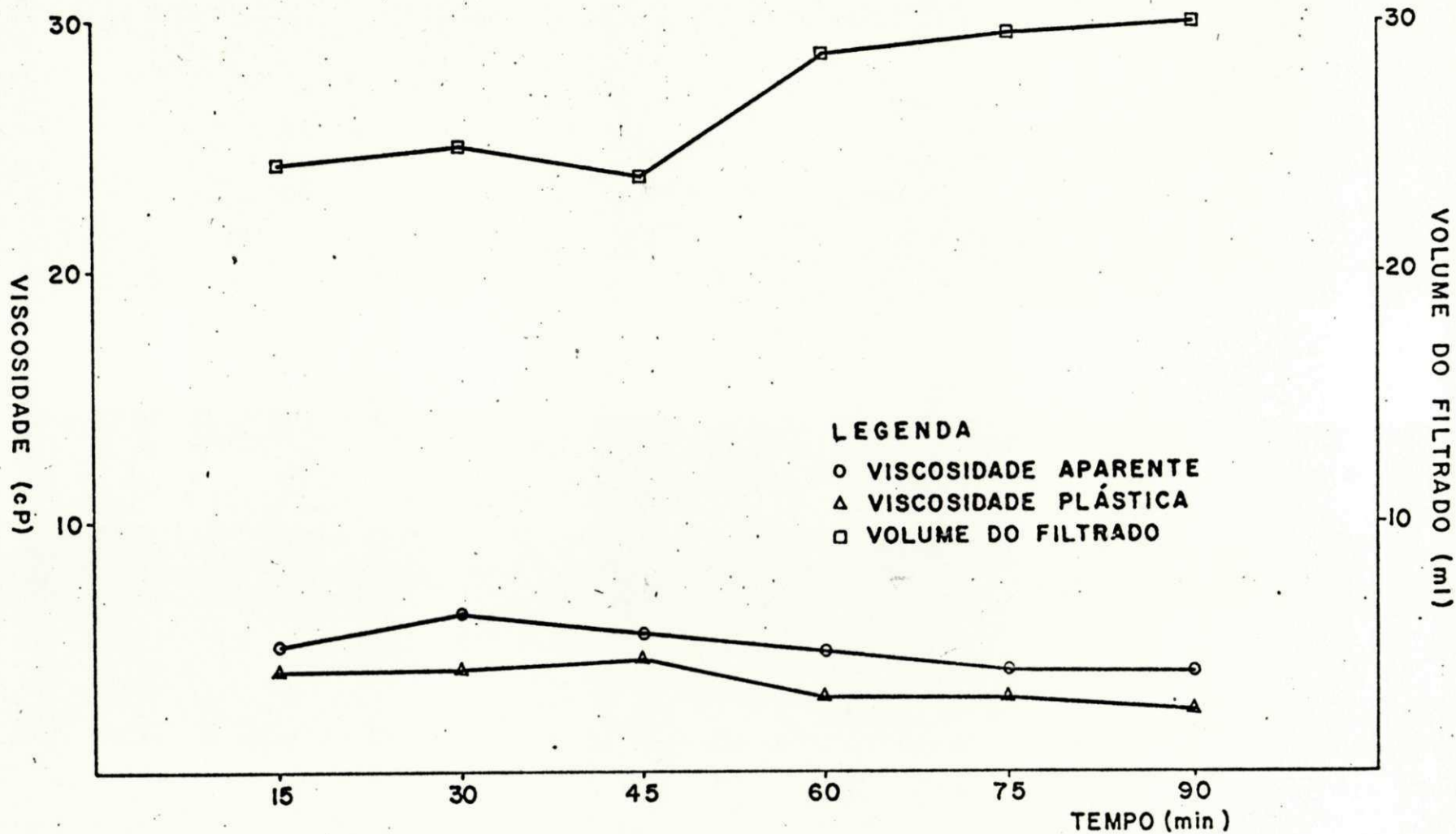


Figura 29 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem após Diálise

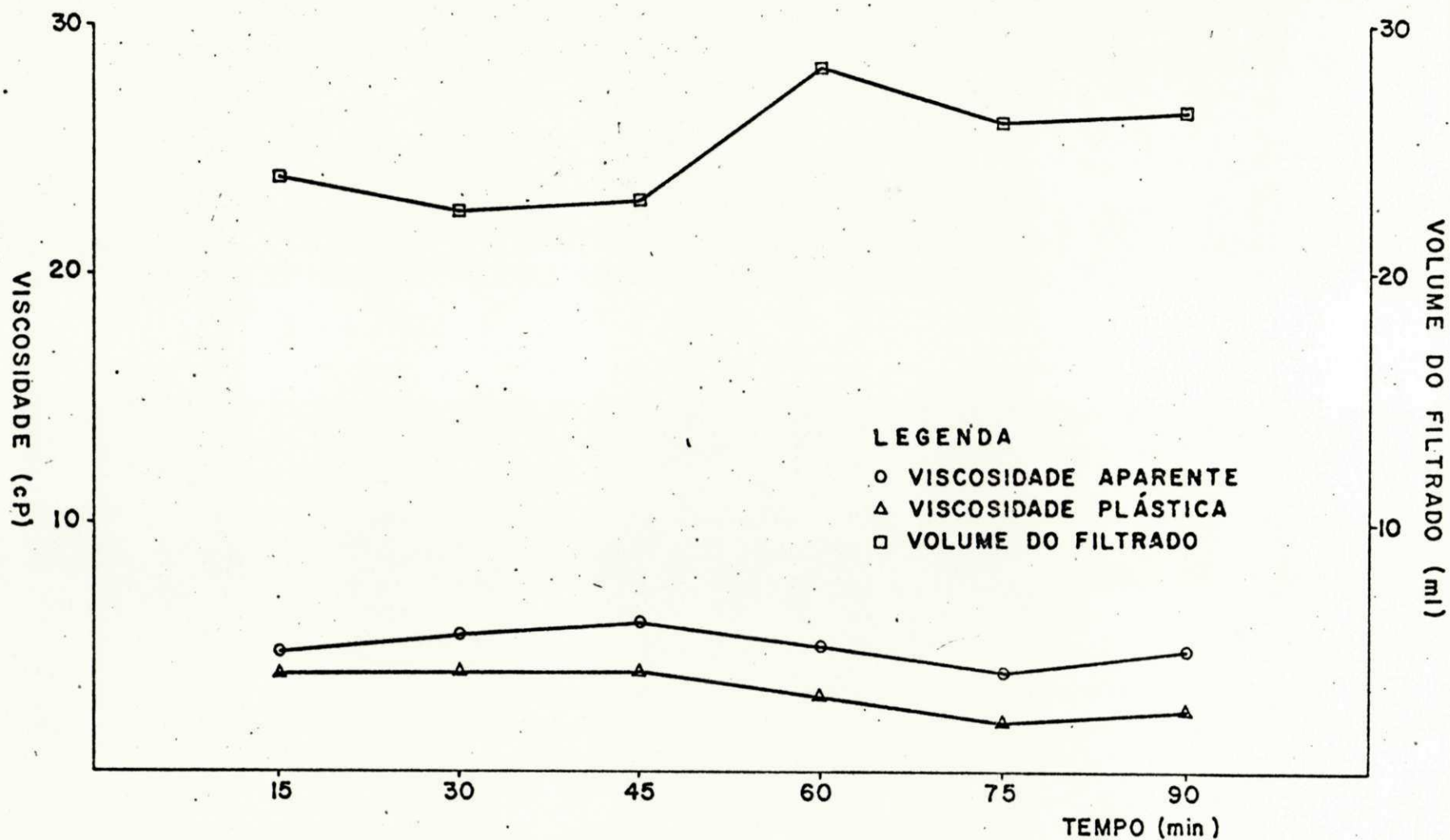


Figura 30 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem após Diálise com  $\text{CO}_2$

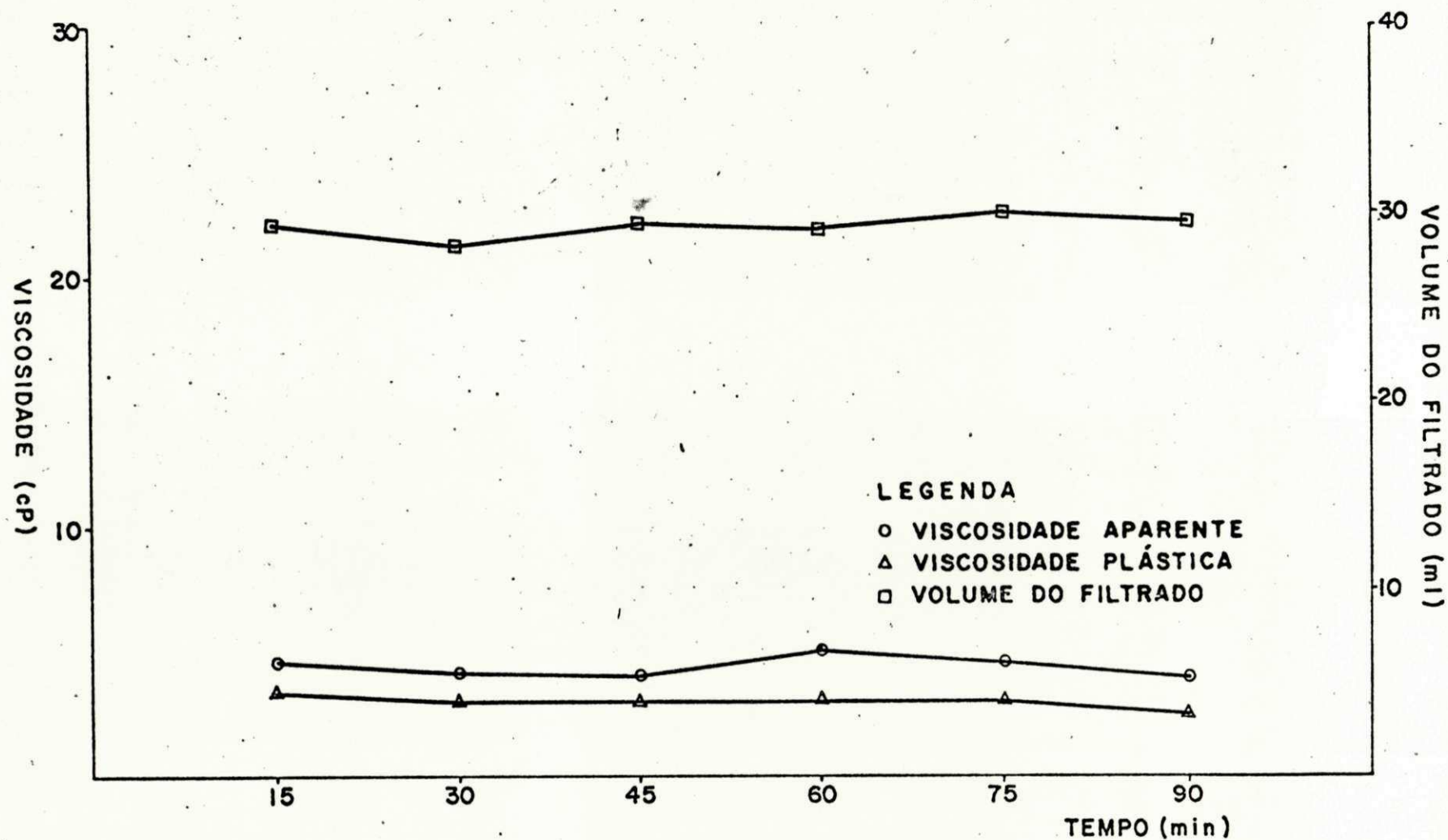


Figura 31 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da autoclavagem, sem Diálise

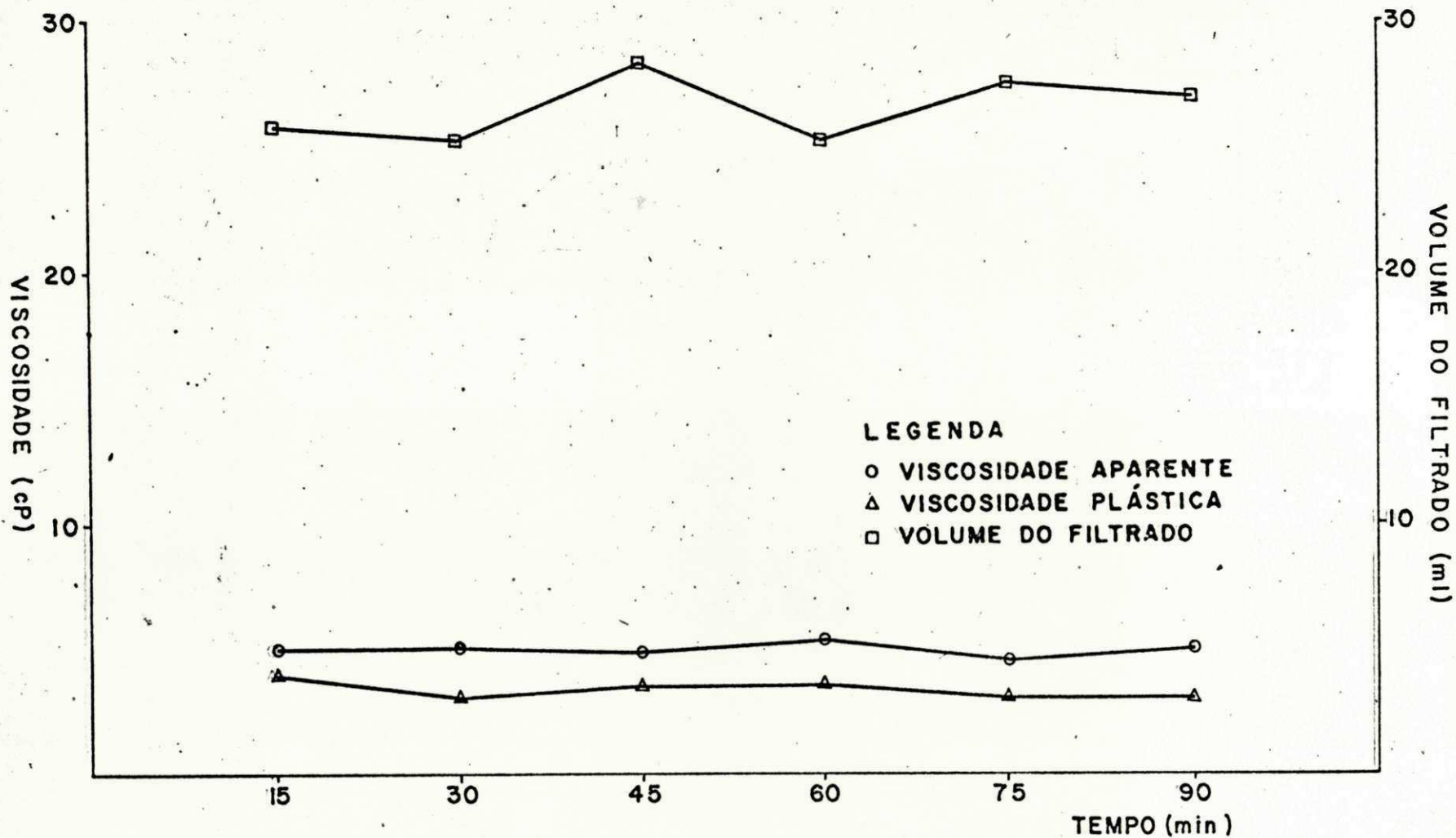


Figura 32 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavegem, após Diálise

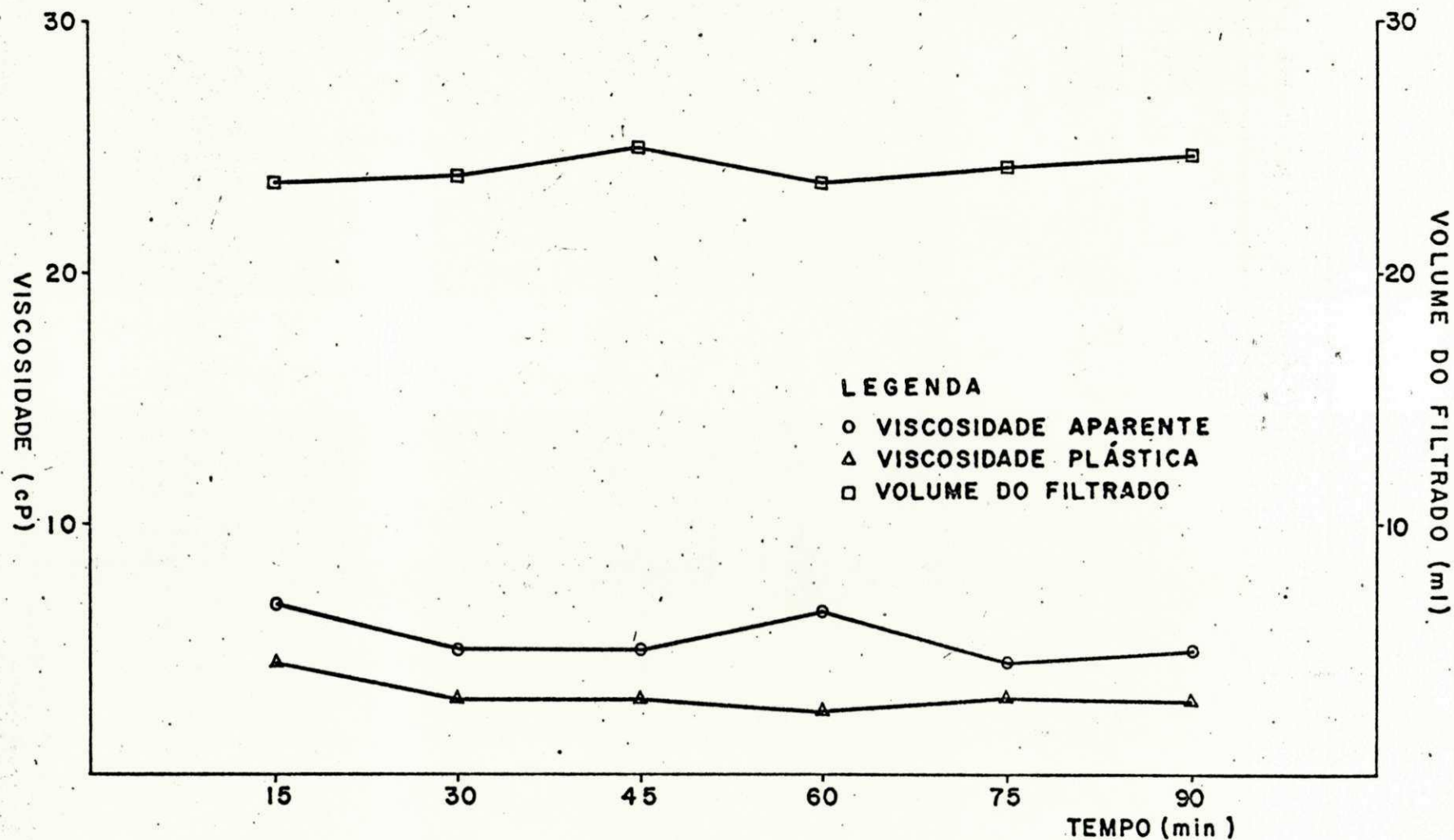


Figura 33 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

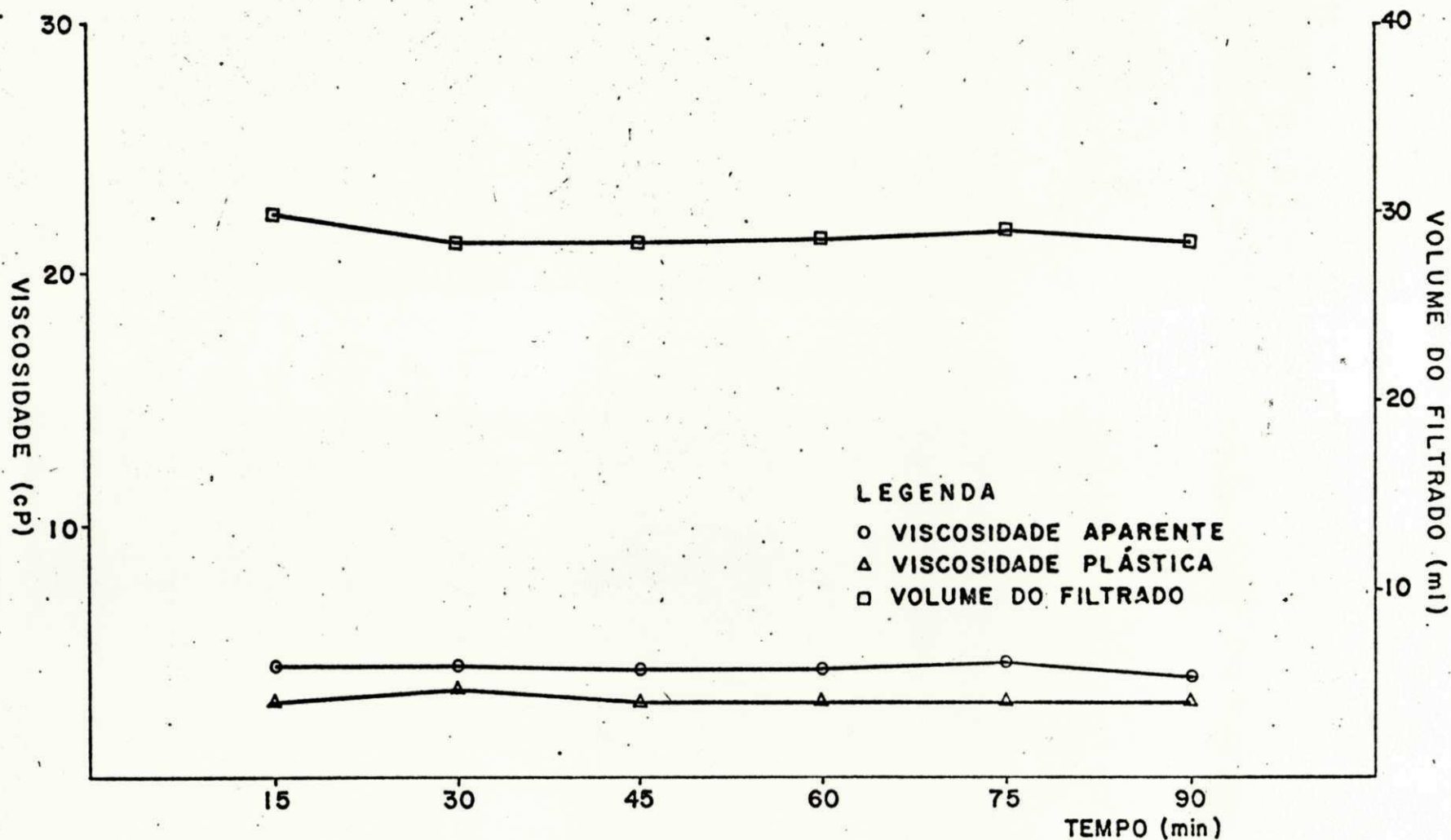


Figura 34 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% de U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, sem Diálise

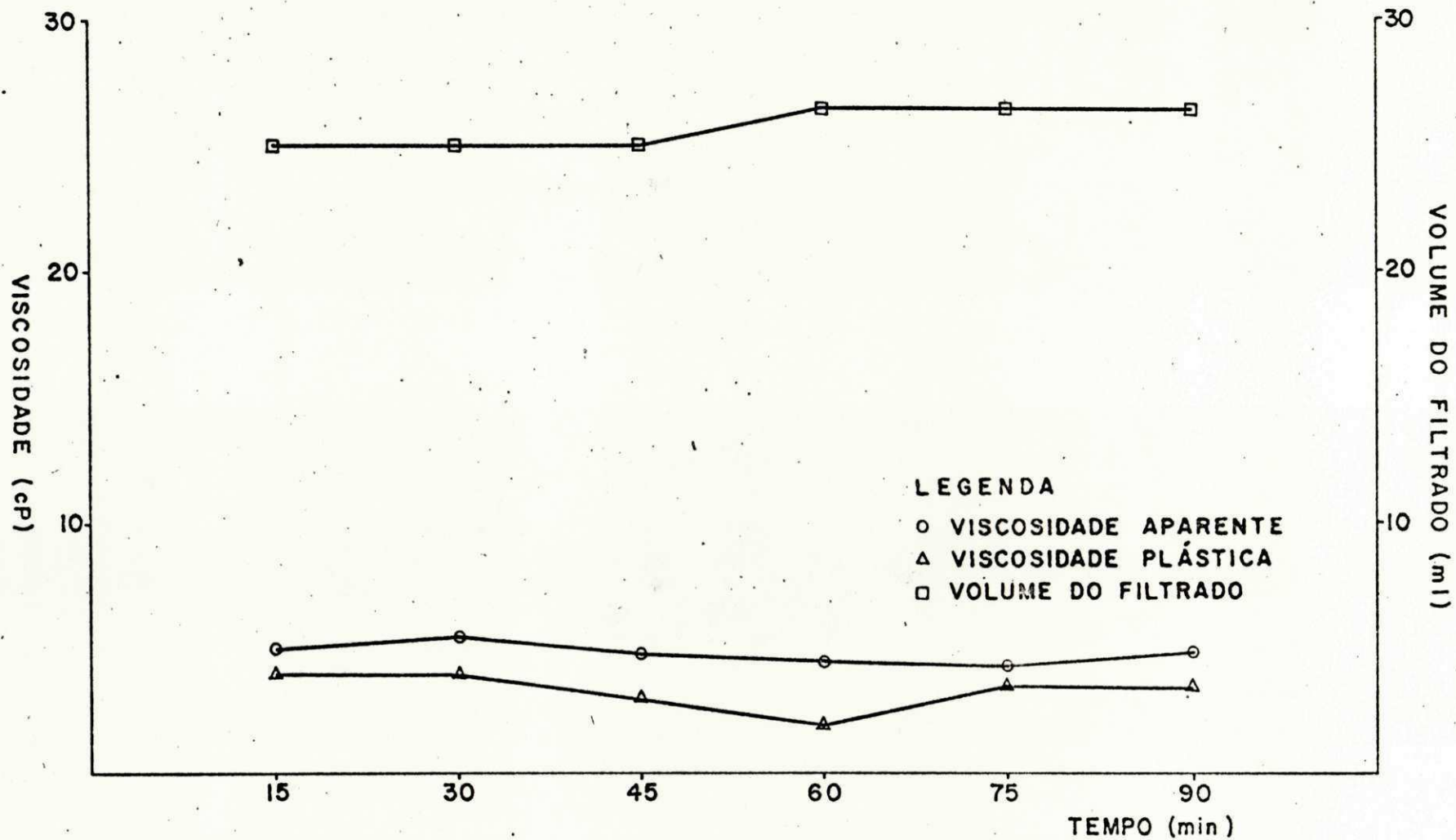


Figura 35 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise

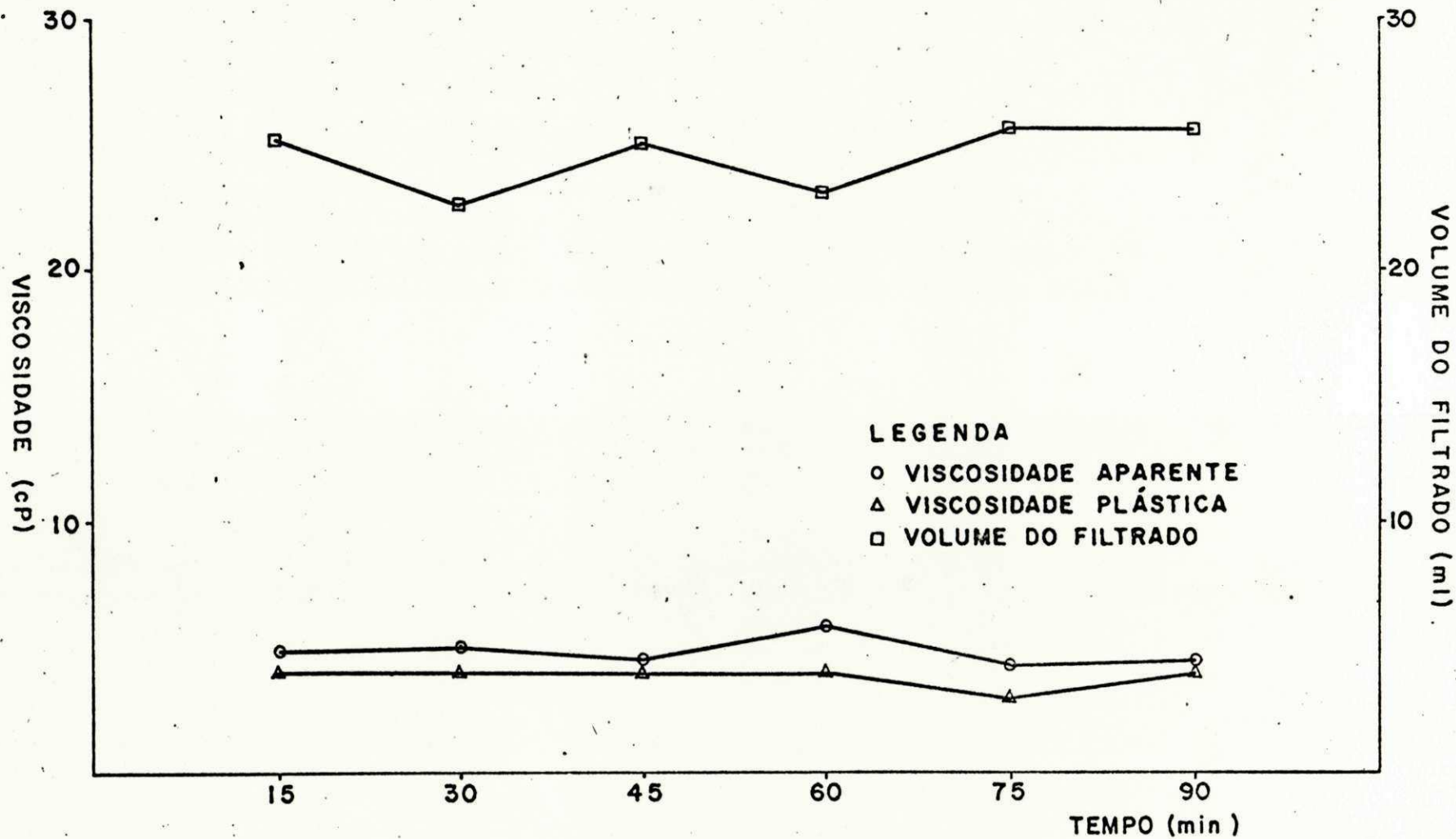


Figura 36 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmctíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 150°C, sendo dosada antes da Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>



as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, sem diálise, após diálise e após diálise com o uso de  $\text{CO}_2$ , não atendem às especificações da Petrobrás (1968) uma vez que apresentam baixos valores de viscosidade aparente e plástica e altos valores do volume do filtrado, estando, portanto, floculados, podendo-se ter a separação das fases entre a água e a argila. Foi observado também o mesmo comportamento com relação aos teores de carbonato e bicarbonato.

Todos estes resultados quando comparados com os obtidos quando as amostras foram tratadas com 100meq/100g de carbonato de sódio e curadas com 100% UR e temperatura ambiente (processo II) apresentaram comportamento semelhante para as amostras sem  $\text{CO}_2$  na viscosidade plástica, volume do filtrado e teores de carbonato e bicarbonatos.

Quanto à viscosidade aparente, há grande diferença no comportamento das amostras quando curadas com autoclave (processo III) com relação às amostras curadas em câmara úmida (processo II) os quais apresentam resultados favoráveis aos especificados pela Petrobrás (1968).

Comparando estes resultados, mas com o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se que as amostras curadas em autoclave (processo III) apresentam grande maioria dos resultados de viscosidade aparente e volume do filtrado fora das especificações da Petrobrás (1968) enquanto para as amostras curadas em câmara úmida (processo II) todos os resultados de viscosidade aparente e grande maioria dos resultados do volume do filtrado estão dentro das especificações da Petrobrás (1968).

Quanto aos teores de carbonato e bicarbonato tanto o processo II, quanto o processo III, apresentam comportamentos semelhantes com o uso de  $\text{CO}_2$  ou seja, baixos teores de carbonato e altos teores de bicarbonato .

Comparando-se internamente o processo III sem o uso de  $\text{CO}_2$ , com o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se que, na temperatura de  $110^\circ\text{C}$  e  $130^\circ\text{C}$ , há tendência ao aumento da viscosidade aparente com o uso de  $\text{CO}_2$ , porém a viscosidade plástica e volume do filtrado, apresentam comportamentos semelhantes. Quanto aos teores de carbonato e bicarbonato, observa-se que, com o uso de  $\text{CO}_2$ , há sensível diminuição nos teores de carbonato, porém há aumento nos de bicarbonatos. Para as amostras na temperatura de  $150^\circ\text{C}$ , observa-se comportamento semelhante entre si, tanto nas propriedades reológicas, quanto nos teores de carbonato e bicarbonato.

Em resumo, observa-se que:

1 - O tratamento das argilas esmectíticas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100g de argila e posterior autoclavagem, não favorece as propriedades reológicas na forma de viscosidade aparente e volume do filtrado, para as temperaturas de  $110^\circ\text{C}$   $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ . Porém, observa-se que os resultados das propriedades reológicas na forma de viscosidade plástica para as temperaturas de  $110^\circ\text{C}$  e  $130^\circ\text{C}$  estão todos acima dos valores especificados pela Petrobrás (1968).

2 - O efeito da diálise não favorece as propriedades das argilas esmectíticas nesta condição estudada.

3 - Observa-se que há tendência de melhoria para as

argilas esmectíticas com o efeito da diálise com o uso de  $\text{CO}_2$  para as temperaturas de  $110^\circ\text{C}$  e  $130^\circ\text{C}$ .

4 - Nesta condição estudada, o aumento da temperatura para  $150^\circ\text{C}$ , foi bastante prejudicial às propriedades reológicas, sendo, provavelmente, utrapassado o ponto ótimo que conduziria a resultados adequados.

5 - Os teores de carbonato diminuem com o uso de  $\text{CO}_2$ , porém os teores de bicarbonato aumentam.

#### 4.2.4 - Quarto Processo (Fluxograma IV)

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas após cura em autoclave com 100% UR na temperatura de  $110^\circ\text{C}$  e, posteriormente tratadas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila estão apresentados nas Tabelas XIX a XXI e Figura de 37 a 45. Esses resultados mostram que as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, sem diálise, apresentam valores de viscosidade aparente, plástica e volume do filtrado acima dos especificados pela Petrobrás (1968) observando-se elevados teores de carbonato e bicarbonato. Nesta mesma condição, porém com efeito da diálise, observa-se excelentes melhoria nas propriedades reológicas, como também diminuição nos teores de carbonato e bicarbonato. Após o efeito da diálise, com o uso de  $\text{CO}_2$  observa-se ausência de carbonato contudo os teores de bicarbonato aumentam e, por ser o  $\text{CO}_2$  solúvel com tendência a flocular o sistema, as amostras apresentam alguns valores de viscosidade aparente, plástica e volume do fil

**Tabela XIX** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeectíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	24,8	4,3	18,0	20,0	15,0
VERMELHA		21,0	6,3	15,0	17,6	13,4
SORTIDA		15,8	6,0	17,5	18,6	13,9
VERDE CLARA	30	25,0	4,0	18,0	20,0	16,0
VERMELHA		20,0	5,0	15,3	16,8	13,6
SORTIDA		25,7	5,8	16,5	25,0	7,2
VERDE CLARA	45	24,5	4,3	18,0	20,0	15,1
VERMELHA		25,2	4,0	16,0	19,2	12,2
SORTIDA		15,2	6,0	18,0	18,4	11,4
VERDE CLARA	60	26,5	4,5	18,0	18,2	16,8
VERMELHA		26,0	4,3	14,0	19,0	10,5
SORTIDA		15,0	5,0	18,0	15,0	14,0
VERDE CLARA	75	26,4	4,0	16,1	22,4	13,2
VERMELHA		24,8	4,3	14,7	18,0	11,0
SORTIDA		29,0	4,5	15,5	21,2	9,8
VERDE CLARA	90	26,7	4,8	18,0	24,4	10,6
VERMELHA		24,5	4,0	15,1	18,8	13,0
SORTIDA		28,3	4,2	15,1	18,4	11,6

Tabela XX - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq de Argila, Submetida ao efeito da Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	18,5	8,8	18,0	3,6	6,2
VERMELHA		15,9	7,5	15,0	0,8	3,7
SORTIDA		17,6	8,3	13,5	5,4	3,9
VERDE CLARA	30	18,7	8,5	17,8	4,0	4,6
VERMELHA		15,0	8,0	15,0	3,6	2,4
SORTIDA		15,6	7,8	15,5	4,0	3,0
VERDE CLARA	45	15,6	6,5	18,0	5,0	4,6
VERMELHA		15,0	6,5	18,0	2,8	3,6
SORTIDA		15,0	5,0	18,0	2,4	2,4
VERDE CLARA	60	19,0	7,3	17,8	5,6	5,8
VERMELHA		15,8	8,0	15,3	3,2	2,2
SORTIDA		15,0	5,0	18,0	2,0	2,9
VERDE CLARA	75	20,5	6,0	18,0	8,0	7,0
VERMELHA		19,0	6,5	17,1	6,0	3,6
SORTIDA		22,5	6,0	16,9	5,2	4,8
VERDE CLARA	90	23,3	7,5	17,2	8,8	6,0
VERMELHA		16,8	6,0	14,7	5,6	3,8
SORTIDA		19,5	7,0	15,5	5,2	2,6

**Tabela XXI** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de argila, Submetida ao efeito da Diálise com CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	23,4	7,8	18,0	0,0	5,9
VERMELHA		14,3	6,8	16,0	0,0	5,8
SORTIDA		10,8	2,0	16,8	0,0	5,7
VERDE CLARA	30	18,7	8,5	17,8	0,0	7,2
VERMELHA		13,7	8,0	15,0	0,0	6,5
SORTIDA		13,2	7,8	15,5	0,0	4,6
VERDE CLARA	45	21,8	6,3	22,5	0,0	7,4
VERMELHA		23,5	7,0	18,0	0,0	6,6
SORTIDA		10,6	5,5	17,5	0,0	2,8
VERDE CLARA	60	27,0	6,0	22,5	0,0	6,8
VERMELHA		30,0	5,0	14,5	0,0	6,0
SORTIDA		11,5	6,3	17,5	0,0	2,8
VERDE CLARA	75	33,2	2,0	18,3	0,0	15,0
VERMELHA		33,0	3,0	16,2	0,0	15,2
SORTIDA		39,6	3,5	17,6	0,0	14,6
VERDE CLARA	90	38,9	2,8	16,6	2,0	14,0
VERMELHA		31,7	2,6	14,4	0,4	13,6
SORTIDA		44,3	2,5	15,0	1,6	15,2

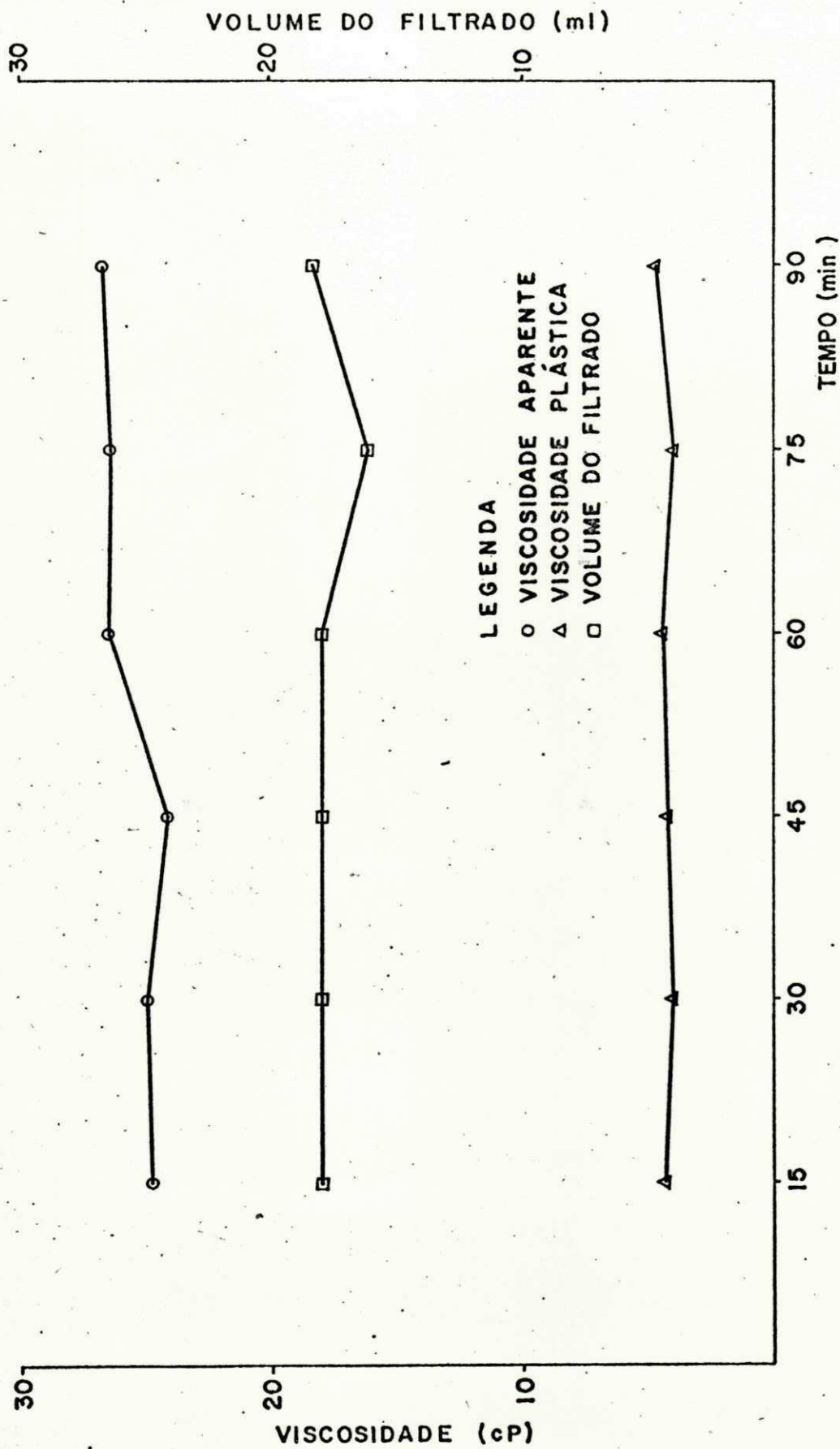


Figura 37 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

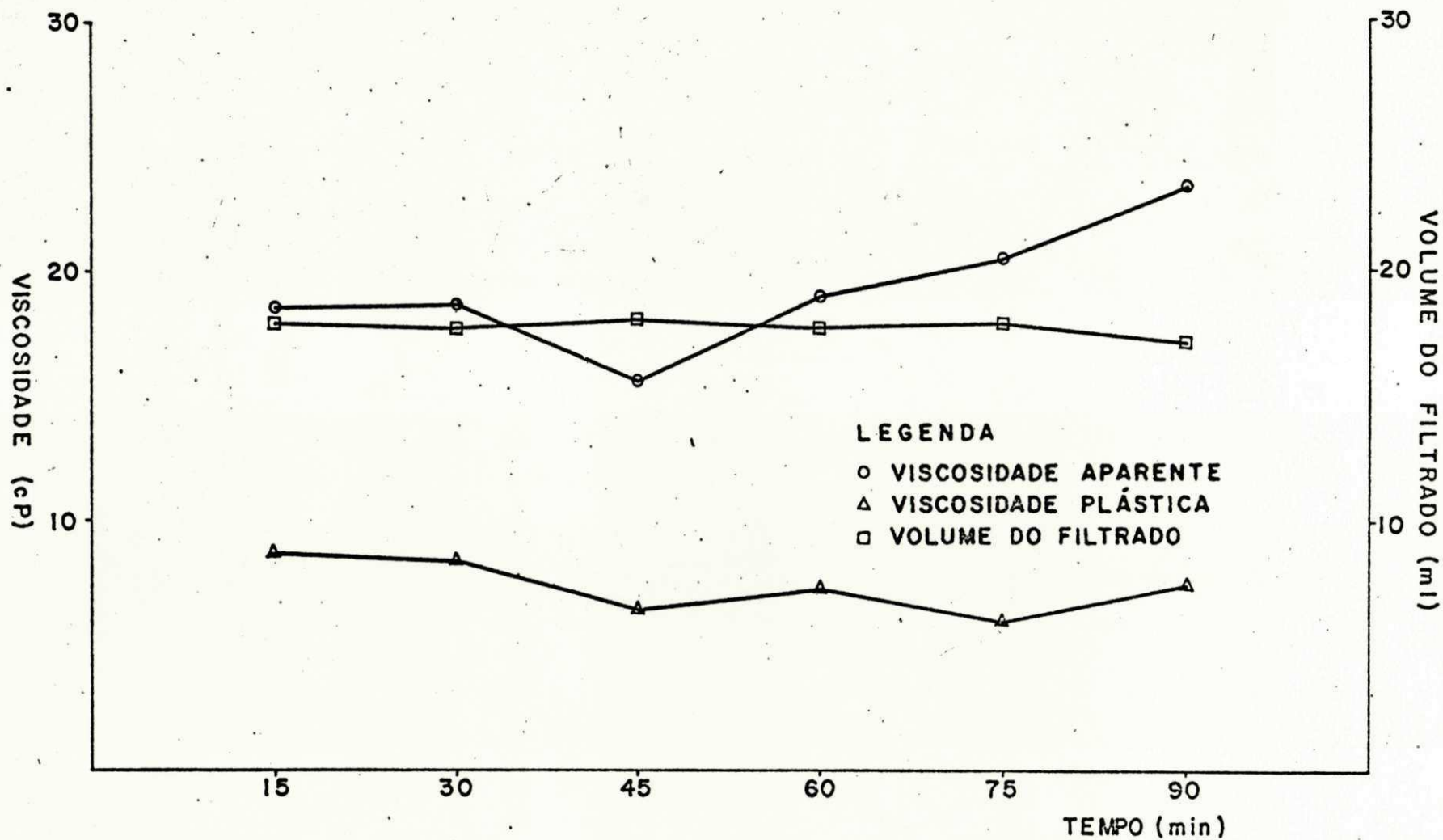


Figura 38 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise



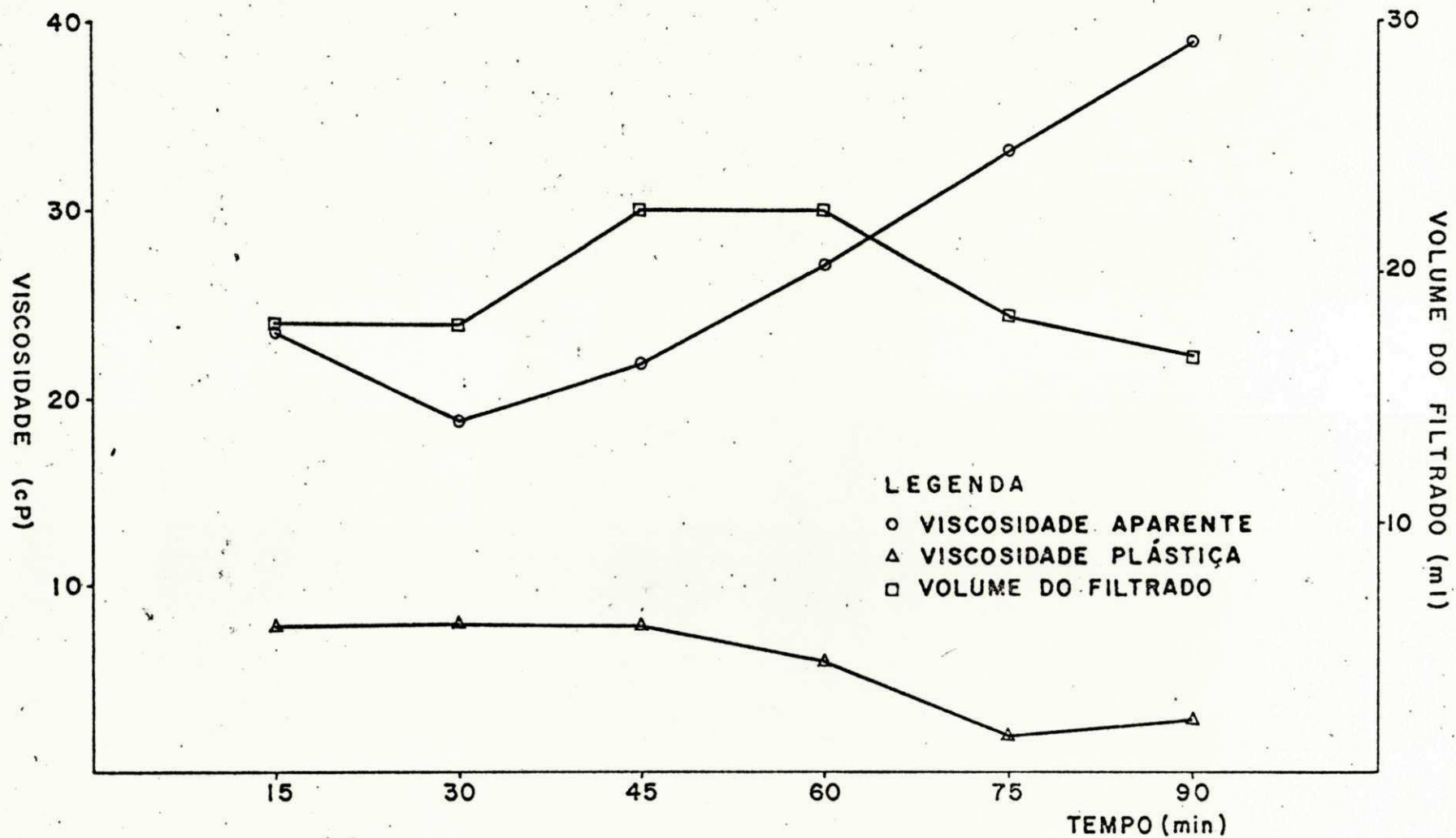


Figura 39 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

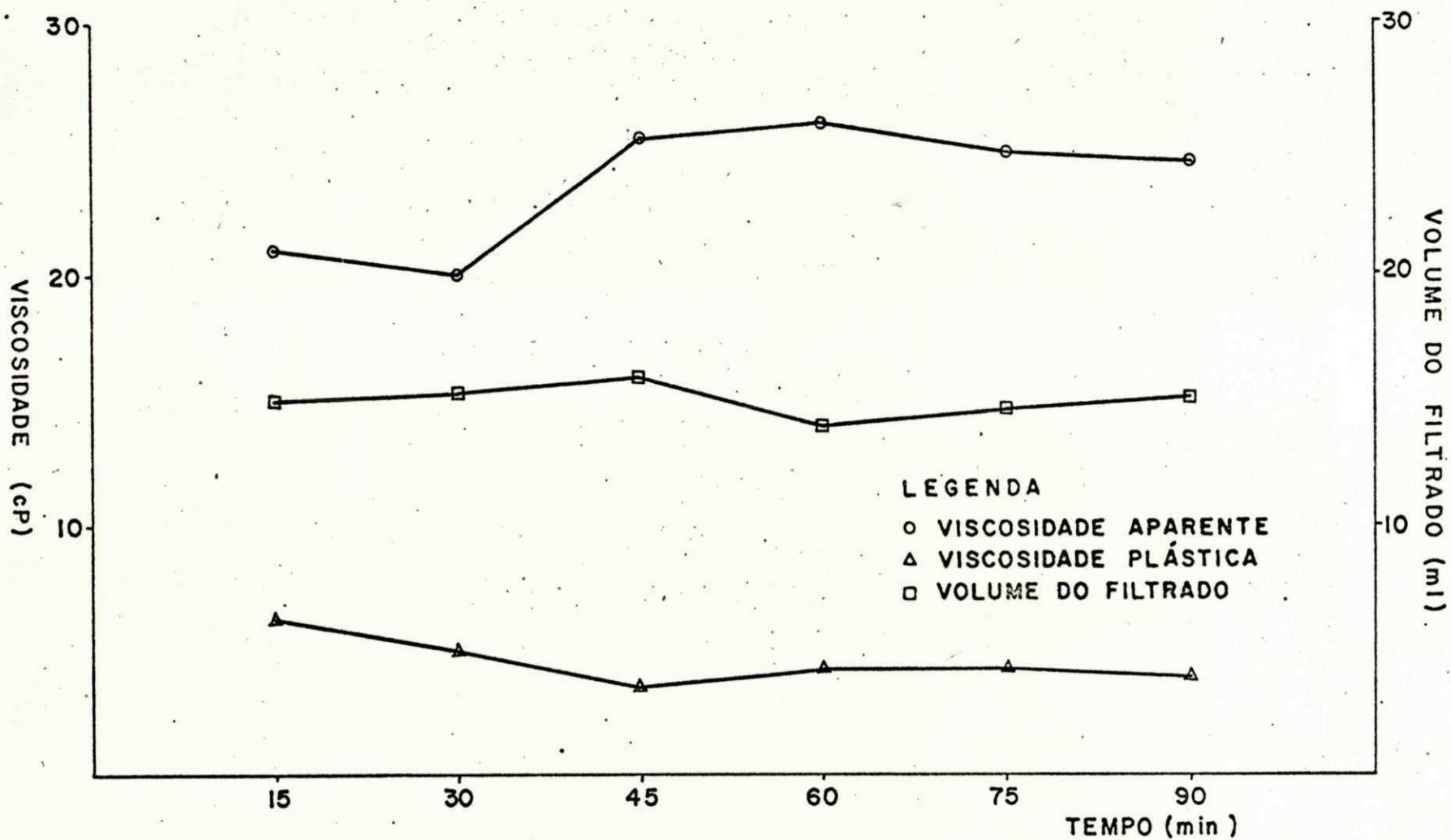


Figura 40 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

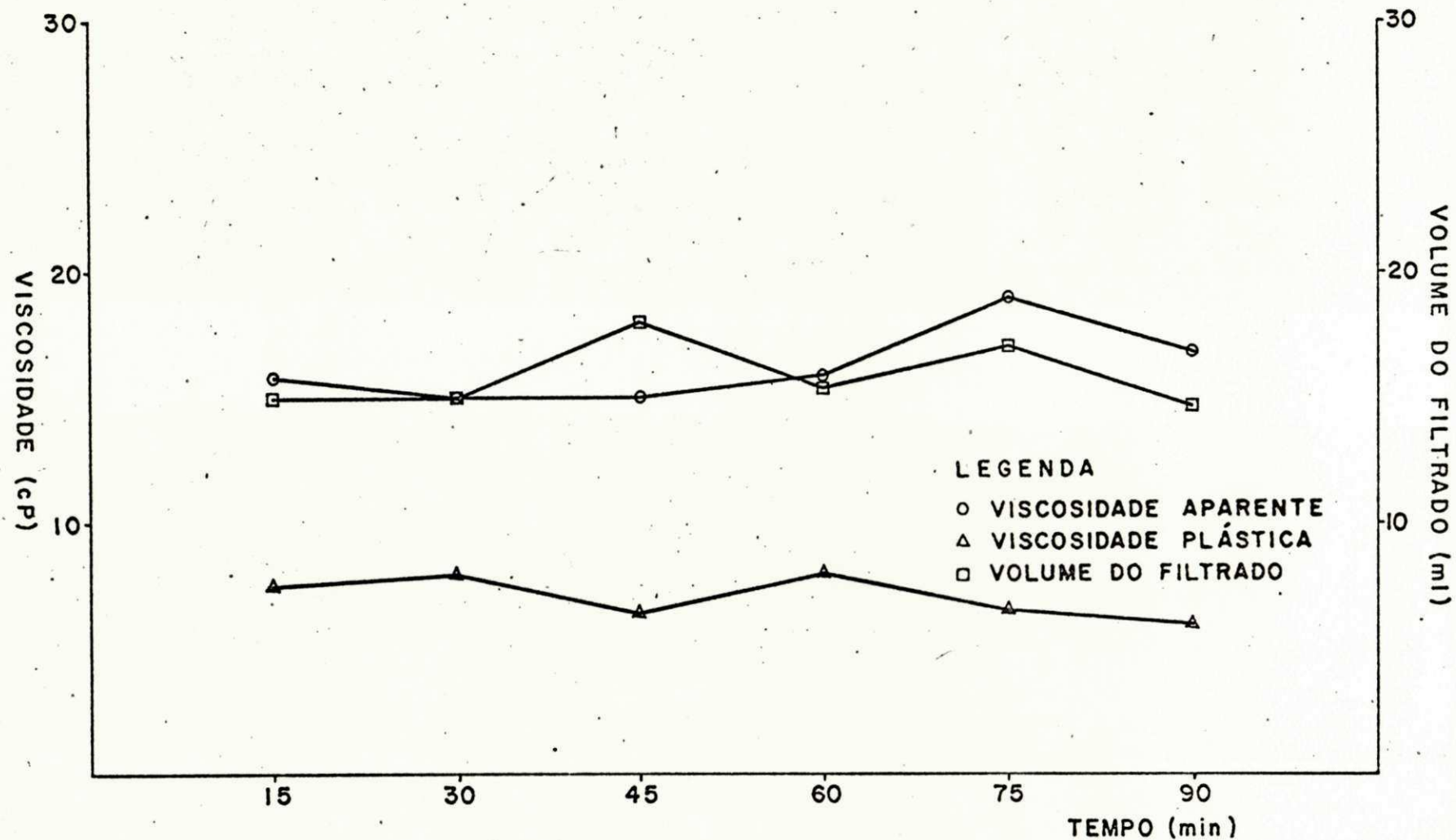


Figura 41 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

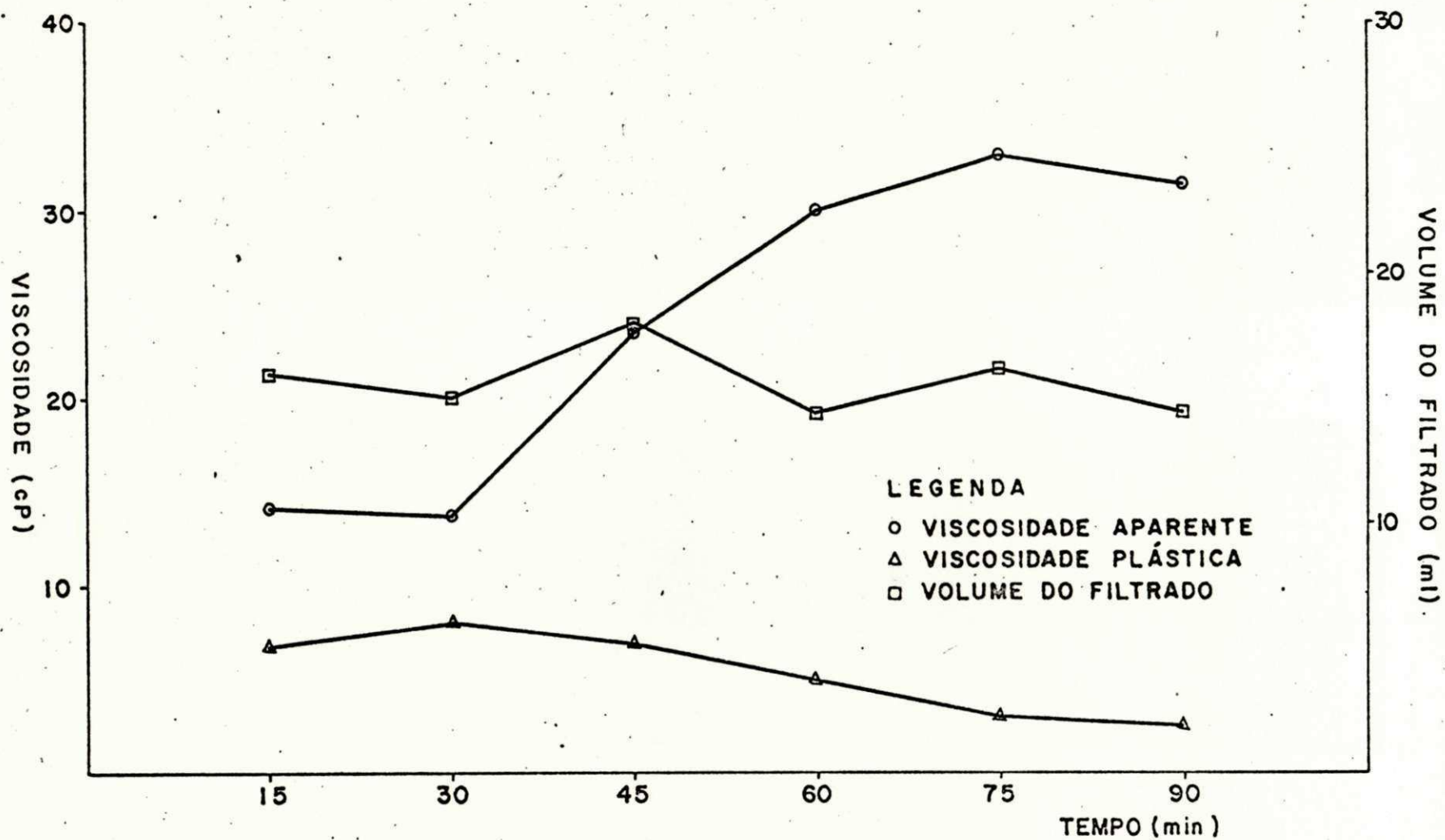


Figura 42 - Viscosidade Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após a Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

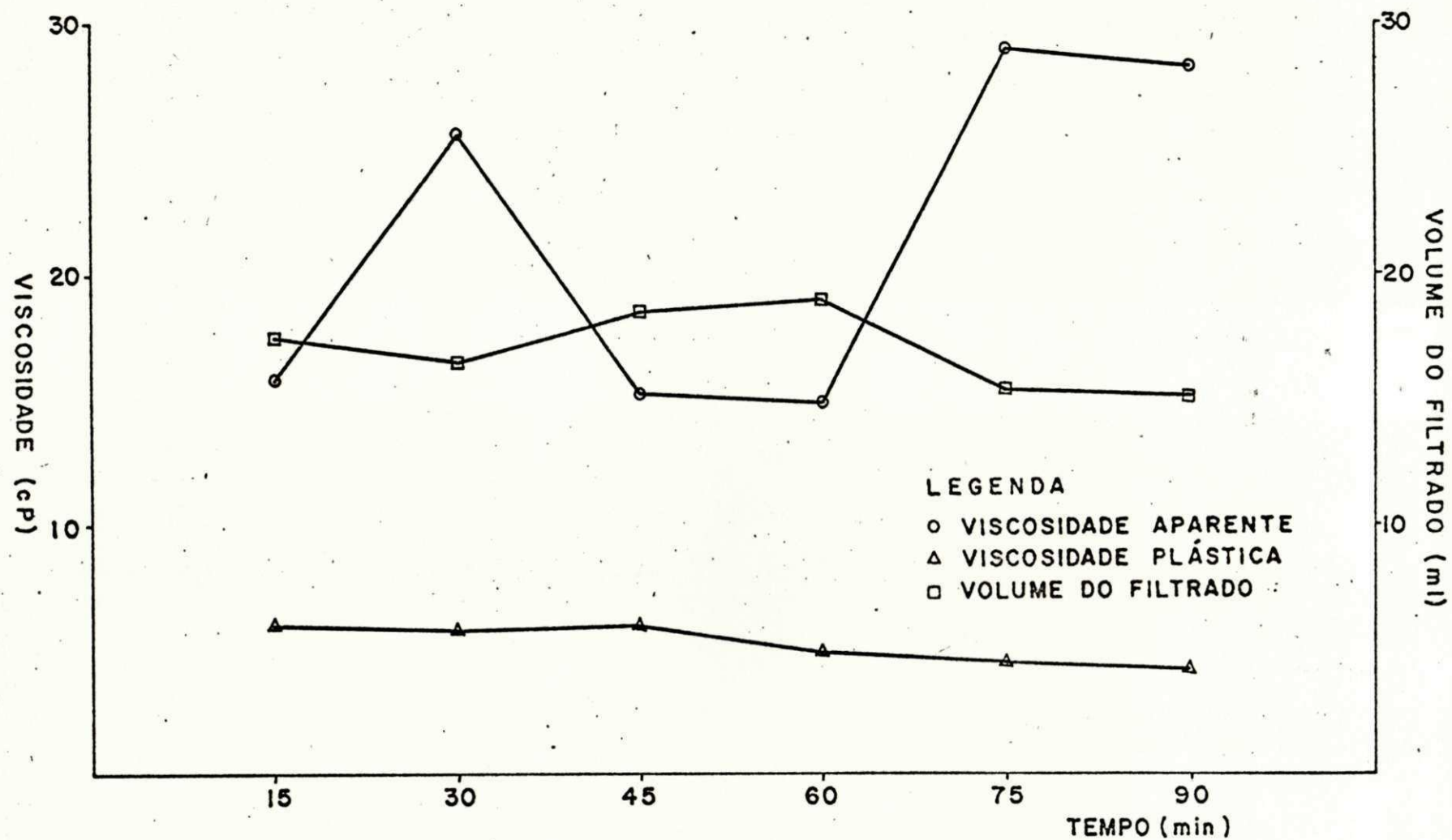


Figura 43 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

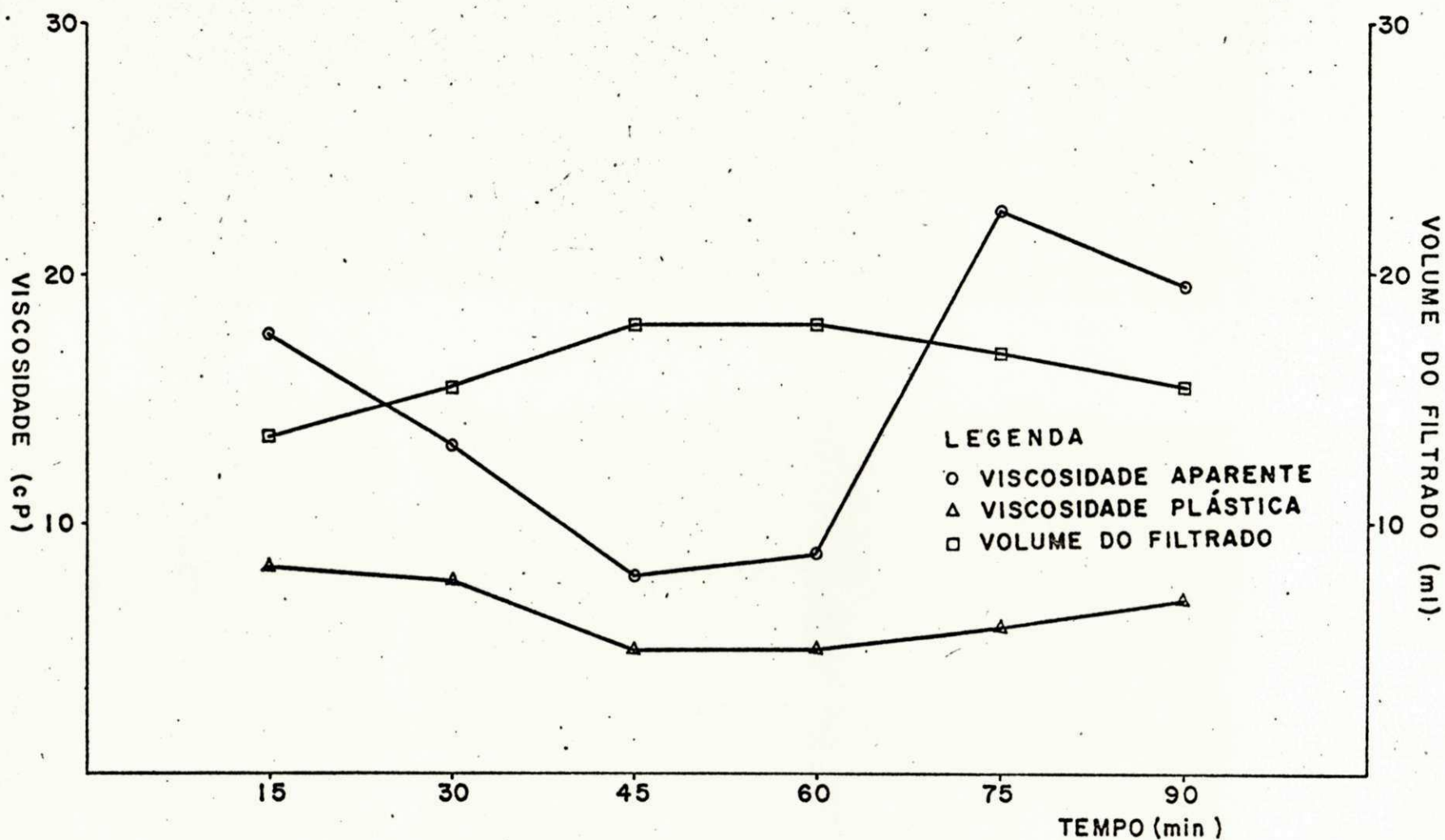


Figura 44 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíficas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após a Autoclavagem, após Diálise

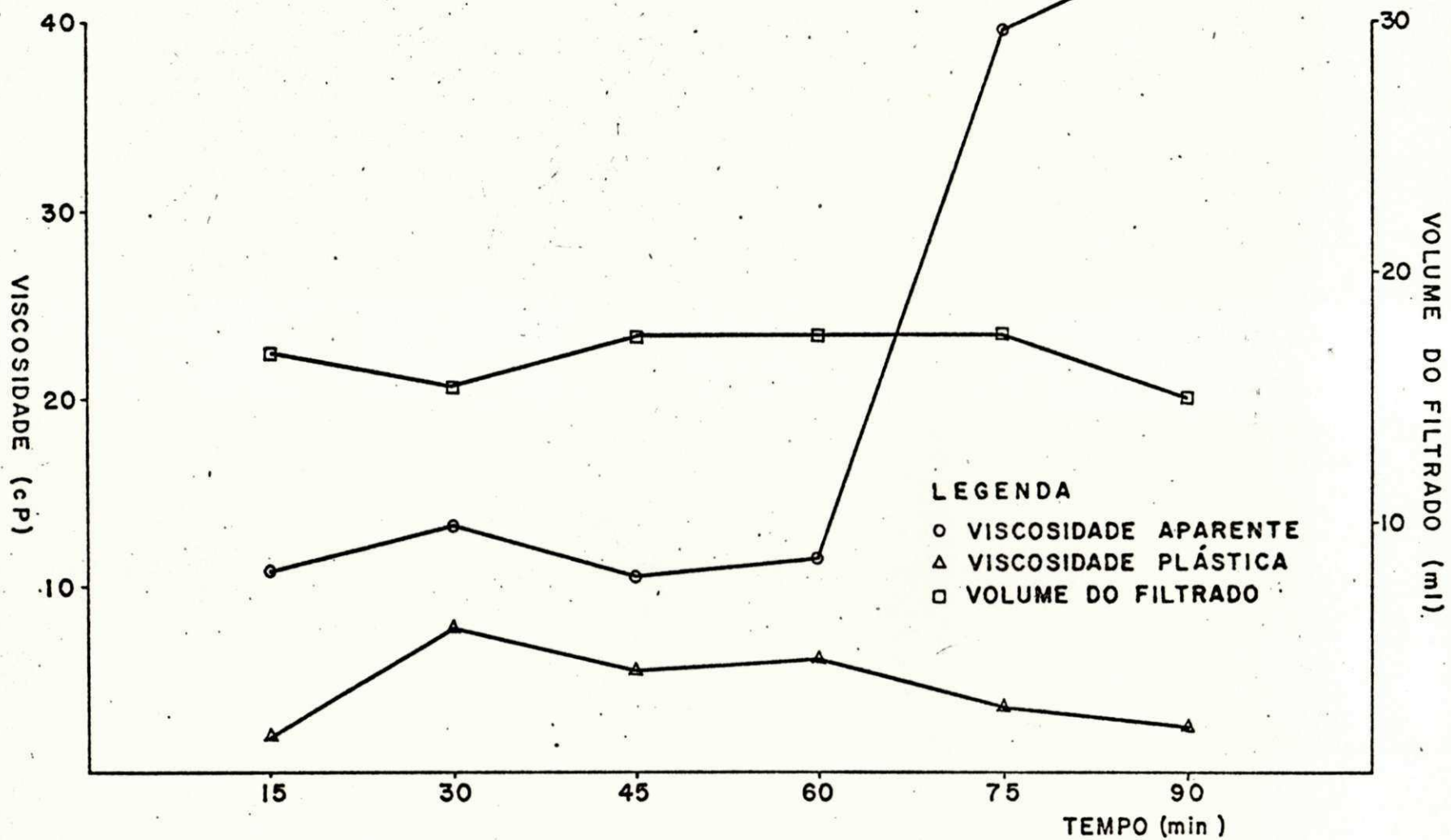


Figura 45 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

trado, fora das especificações da Petrobrás (1968).

Com o aumento de temperatura para  $130^{\circ}\text{C}$ , (Tabela XXII a XXIV e Figuras de 46 a 54) observa-se que as amostras sem diálise apresentam todos os valores de viscosidade aparente e volume do filtrado dentro das especificações da Petrobrás (1968).

Os resultados obtidos para a viscosidade plástica são baixos e estão fora das especificações da Petrobrás (1968) observando-se elevados teores de carbonato e bicarbonato. Após efeito da diálise, observa-se diminuição nos teores de carbonato e bicarbonato, melhorando, assim, as propriedades reológicas, apresentando todas as amostras em estudo, resultados favoráveis aos especificados pela Petrobrás (1968) para uso como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo. Nesta mesma condição, porém com efeito da diálise, com o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se diminuição nos teores de carbonato, todavia com aumento nos teores de bicarbonato os quais por serem solúveis floculam o sistema e, conseqüentemente prejudicam as propriedades reológicas das amostras, apresentando alta viscosidade aparente e baixa viscosidade plástica até 45 min de cura.

Após 60 min de cura, as amostras apresentam grande maioria dos resultados dentro das especificações da Petrobrás (1968). Com o aumento da temperatura para  $150^{\circ}\text{C}$  (Tabela XXV a XXVII e Figuras de 55 a 63) observa-se para as amostras sem diálise, o mesmo comportamento descrito para as amostras na temperatura de  $130^{\circ}\text{C}$ .

Após o efeito da diálise com o uso de  $\text{CO}_2$ , observam-se



**Tabela XXII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	27,5	2,0	16,9	22,0	11,8
VERMELHA		24,5	2,5	15,5	21,2	10,8
SORTIDA		27,8	1,0	15,2	19,6	11,4
VERDE CLARA	30	25,1	2,8	16,1	20,8	11,2
VERMELHA		23,5	2,3	15,2	18,0	11,0
SORTIDA		24,0	1,8	15,0	18,4	11,6
VERDE CLARA	45	24,9	1,3	16,5	23,2	11,8
VERMELHA		23,9	2,5	15,8	19,2	12,4
SORTIDA		24,7	1,8	16,0	19,6	12,6
VERDE CLARA	60	24,4	1,5	15,8	33,6	7,8
VERMELHA		22,8	2,0	16,1	20,0	10,6
SORTIDA		25,4	1,3	15,0	20,0	12,4
VERDE CLARA	75	26,8	1,0	16,0	20,8	12,2
VERMELHA		23,5	1,8	16,0	20,8	10,2
SORTIDA		26,0	2,0	16,0	19,2	11,0
VERDE CLARA	90	26,0	1,0	15,0	24,4	13,6
VERMELHA		22,6	2,3	17,0	23,2	11,8
SORTIDA		26,0	1,8	15,8	22,0	10,8

Tabela XXIII - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Submetida ao efeito da Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	22,5	5,0	18,0	6,4	4,8
VERMELHA		17,0	6,0	14,4	2,8	3,6
SORTIDA		23,5	6,0	14,4	3,6	4,0
VERDE CLARA	30	23,0	7,0	16,6	8,0	4,4
VERMELHA		18,5	6,0	14,7	5,2	3,8
SORTIDA		21,5	5,5	14,7	4,4	2,8
VERDE CLARA	45	24,8	5,3	17,6	9,2	4,8
VERMELHA		21,5	5,5	14,5	3,6	2,8
SORTIDA		23,5	6,5	15,0	2,8	3,4
VERDE CLARA	60	25,0	6,0	17,2	5,2	4,0
VERMELHA		24,3	6,0	14,5	3,6	3,6
SORTIDA		27,3	7,0	15,8	3,6	3,4
VERDE CLARA	75	25,0	6,5	15,2	5,2	3,4
VERMELHA		21,0	6,5	15,5	3,6	3,8
SORTIDA		23,5	6,5	16,1	3,2	3,6
VERDE CLARA	90	25,0	6,0	15,5	5,6	3,4
VERMELHA		22,5	6,0	14,7	3,2	2,8
SORTIDA		25,0	6,0	17,2	3,6	3,2

**Tabela XXIV** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. Temperatura de 130°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Submetida ao efeito da Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	33,3	4,5	20,0	0,8	11,8
VERMELHA		32,5	2,0	16,0	2,0	9,4
SORTIDA		37,0	3,5	17,0	2,4	10,0
VERDE CLARA	30	39,0	2,0	14,5	4,4	14,2
VERMELHA		50,0	2,0	15,8	3,6	14,4
SORTIDA		52,5	3,0	15,5	2,8	17,2
VERDE CLARA	45	35,5	3,0	17,8	1,2	11,4
VERMELHA		36,5	3,0	18,3	2,8	8,2
SORTIDA		43,0	6,0	16,8	1,6	11,0
VERDE CLARA	60	30,5	7,0	23,5	1,2	9,4
VERMELHA		34,5	4,0	17,2	2,0	9,2
SORTIDA		32,5	5,0	18,0	1,6	8,0
VERDE CLARA	75	50,5	9,0	15,8	1,6	15,4
VERMELHA		52,0	4,0	15,2	2,0	13,0
SORTIDA		48,5	5,5	16,1	2,0	14,0
VERDE CLARA	90	34,3	4,5	20,8	2,4	10,6
VERMELHA		35,0	4,0	17,8	2,0	8,4
SORTIDA		32,5	5,0	18,0	2,0	9,6

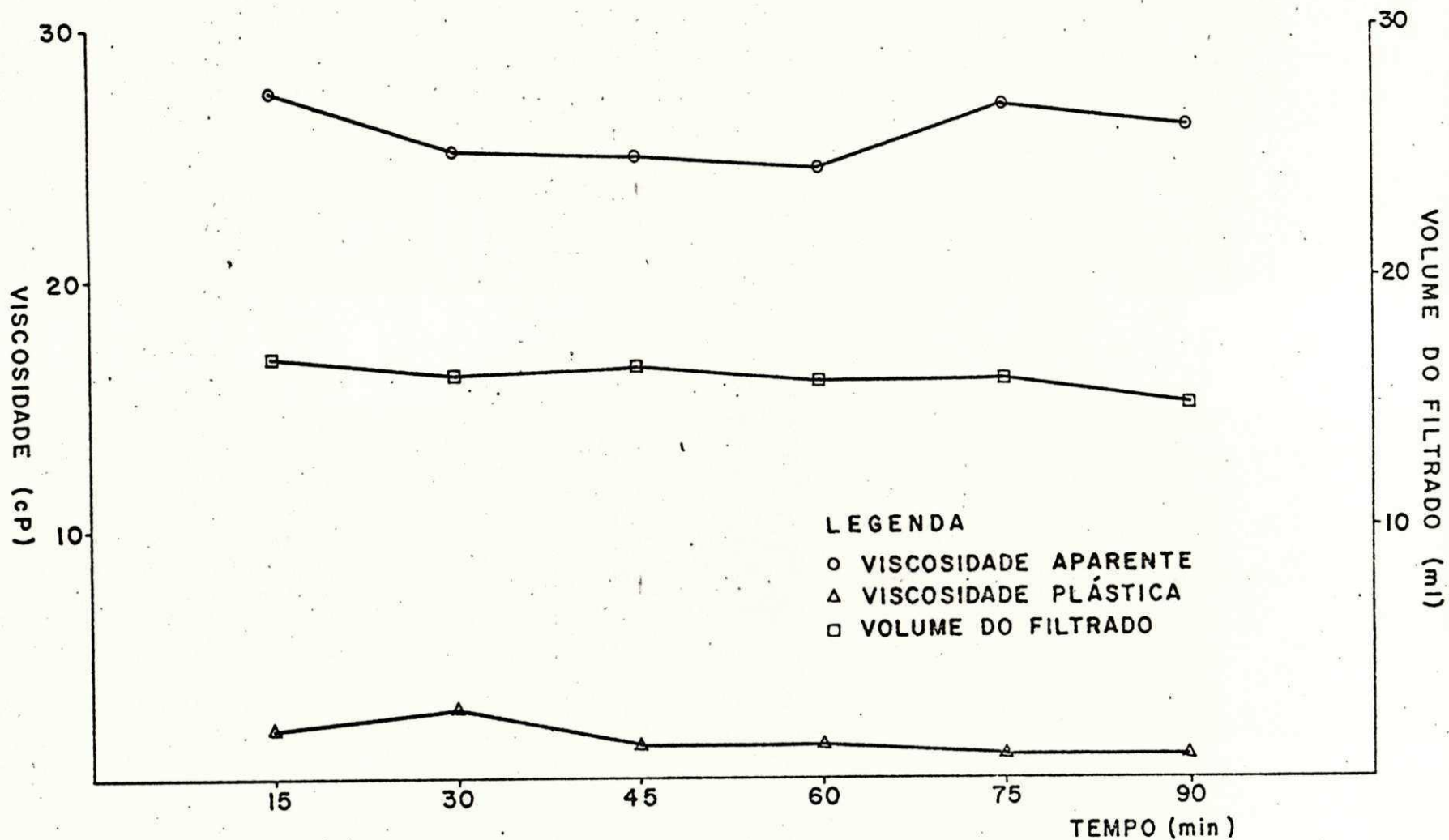


Figura 46 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

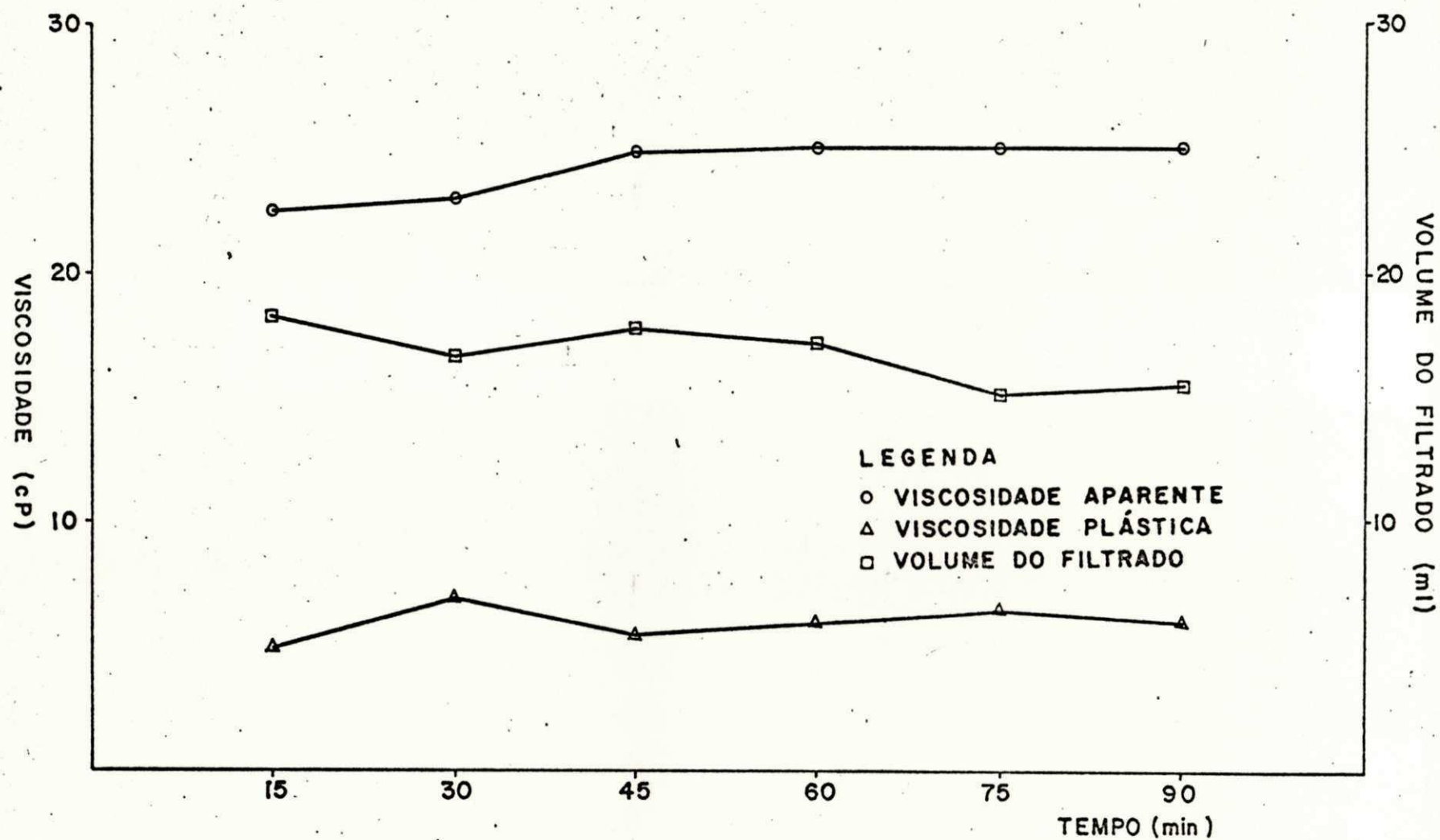


Figura 47 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

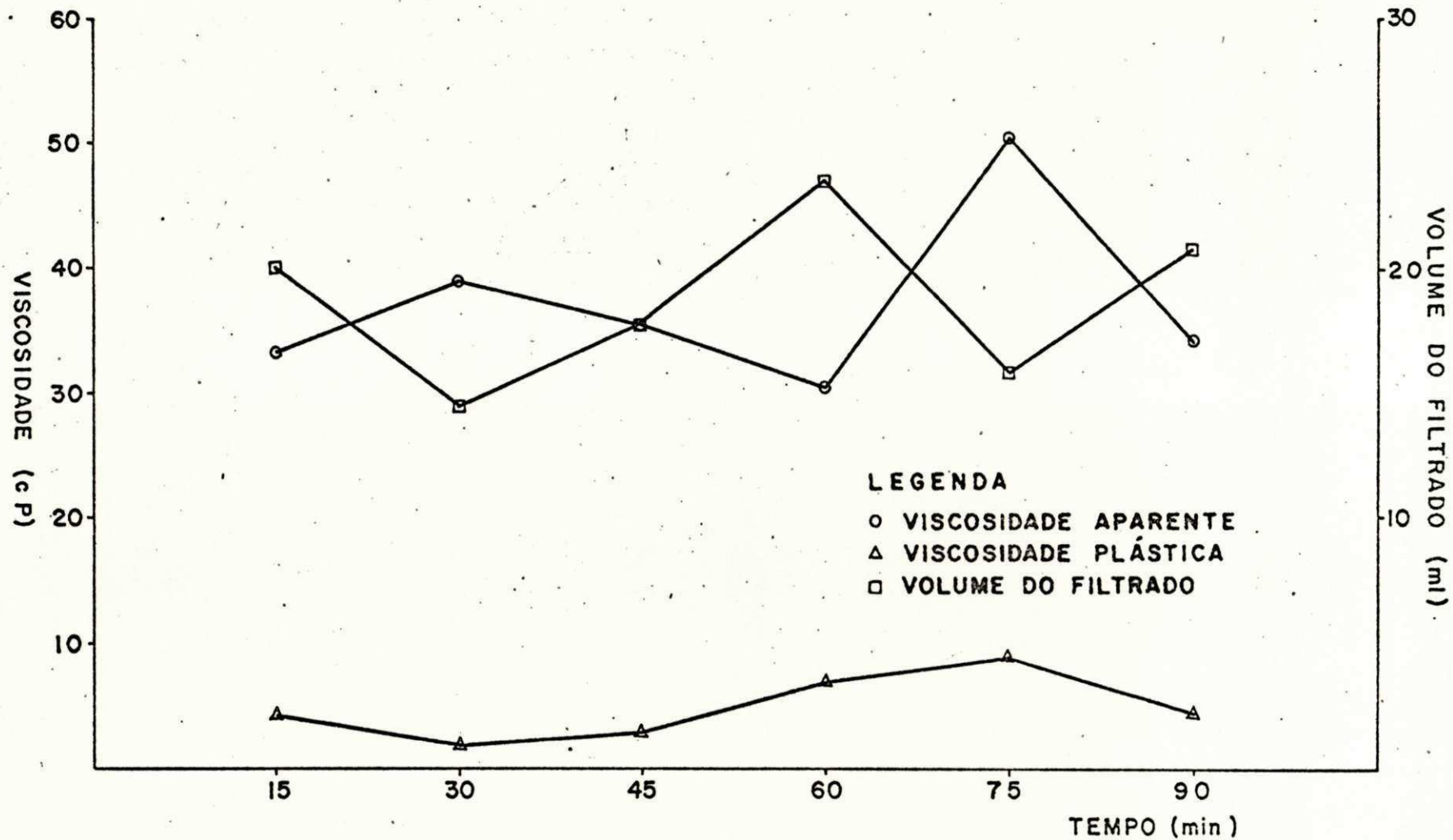


Figura 48 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

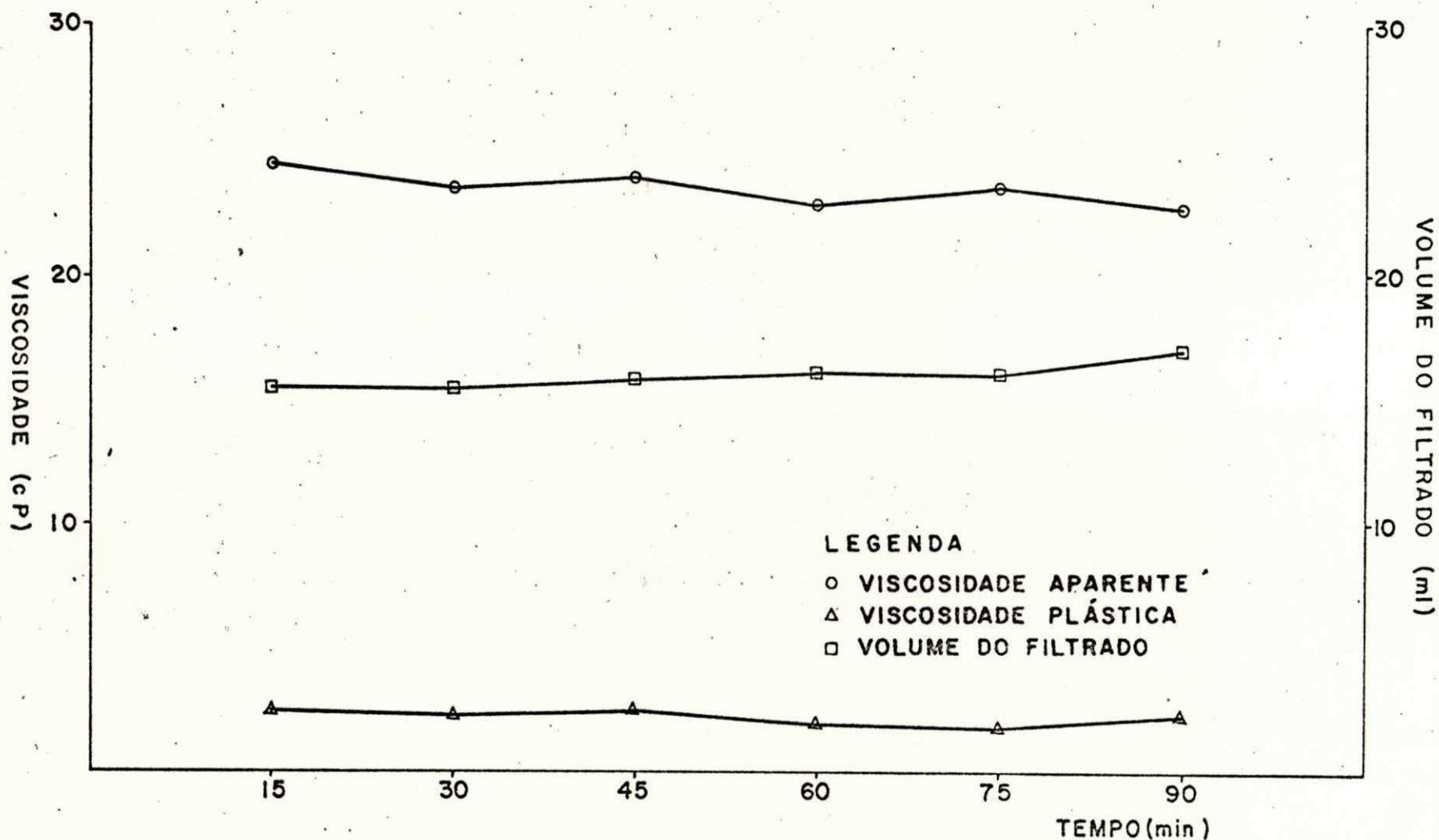


Figura 49 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

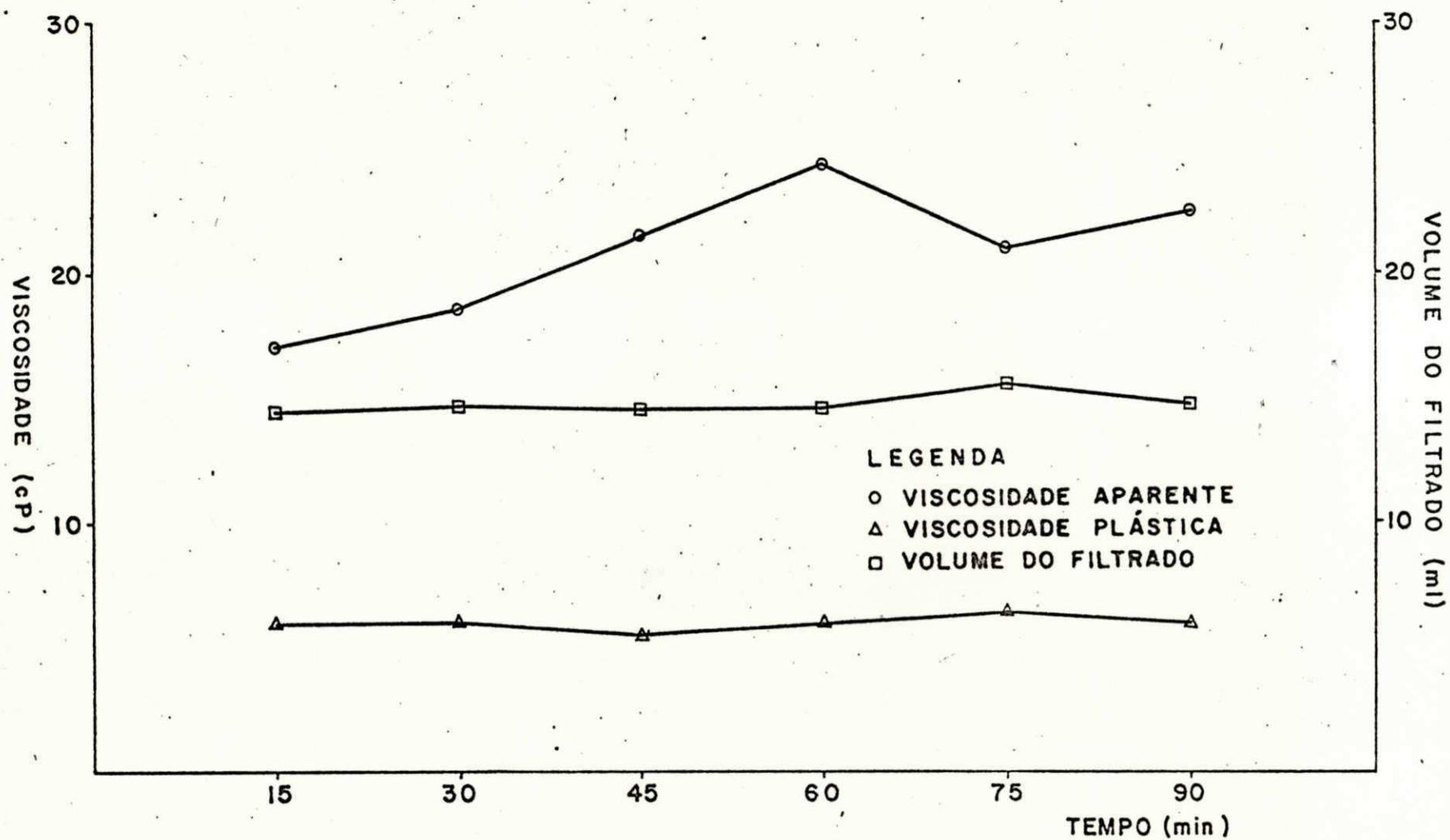


Figura 50 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise



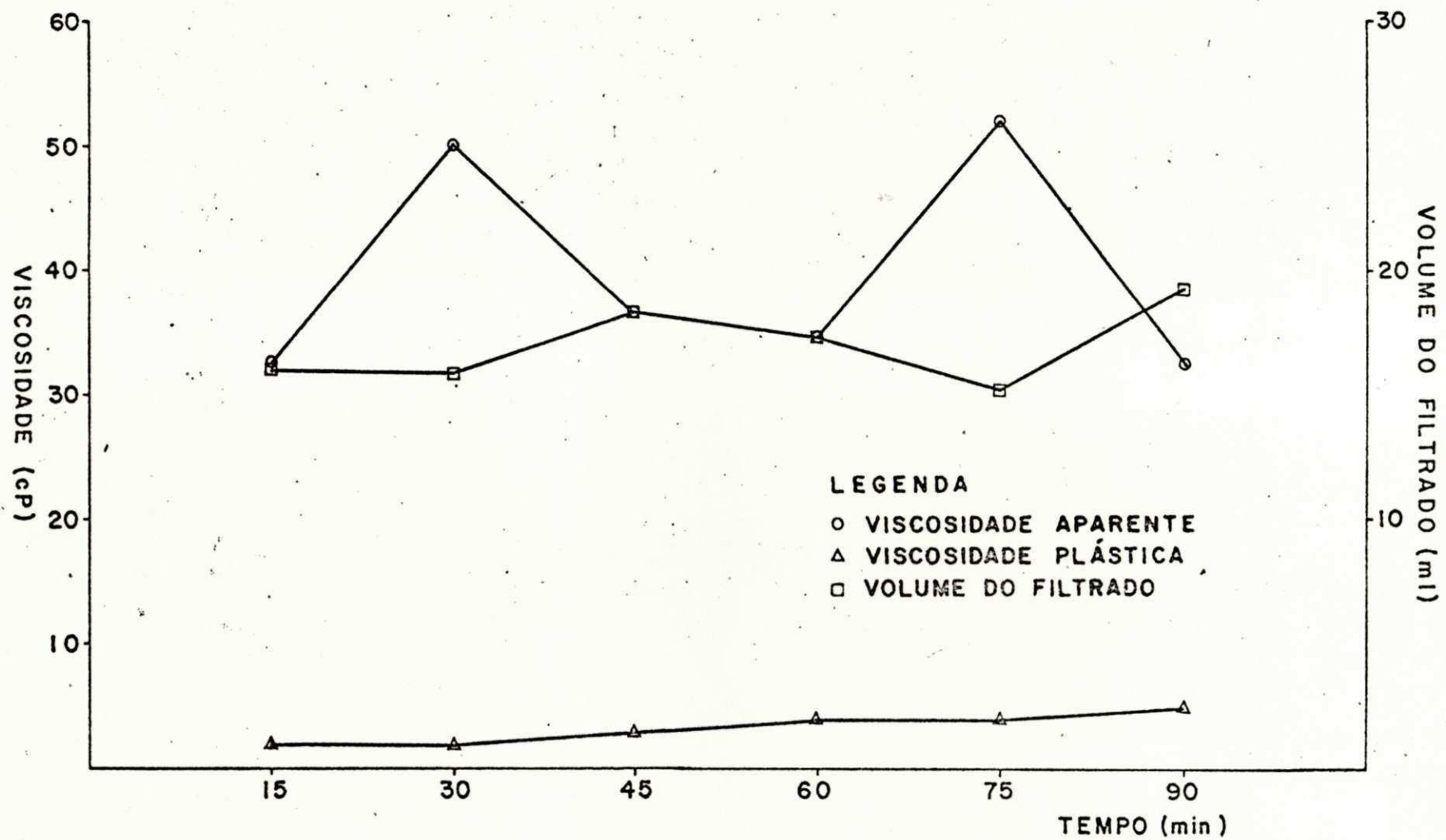


Figura 51 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

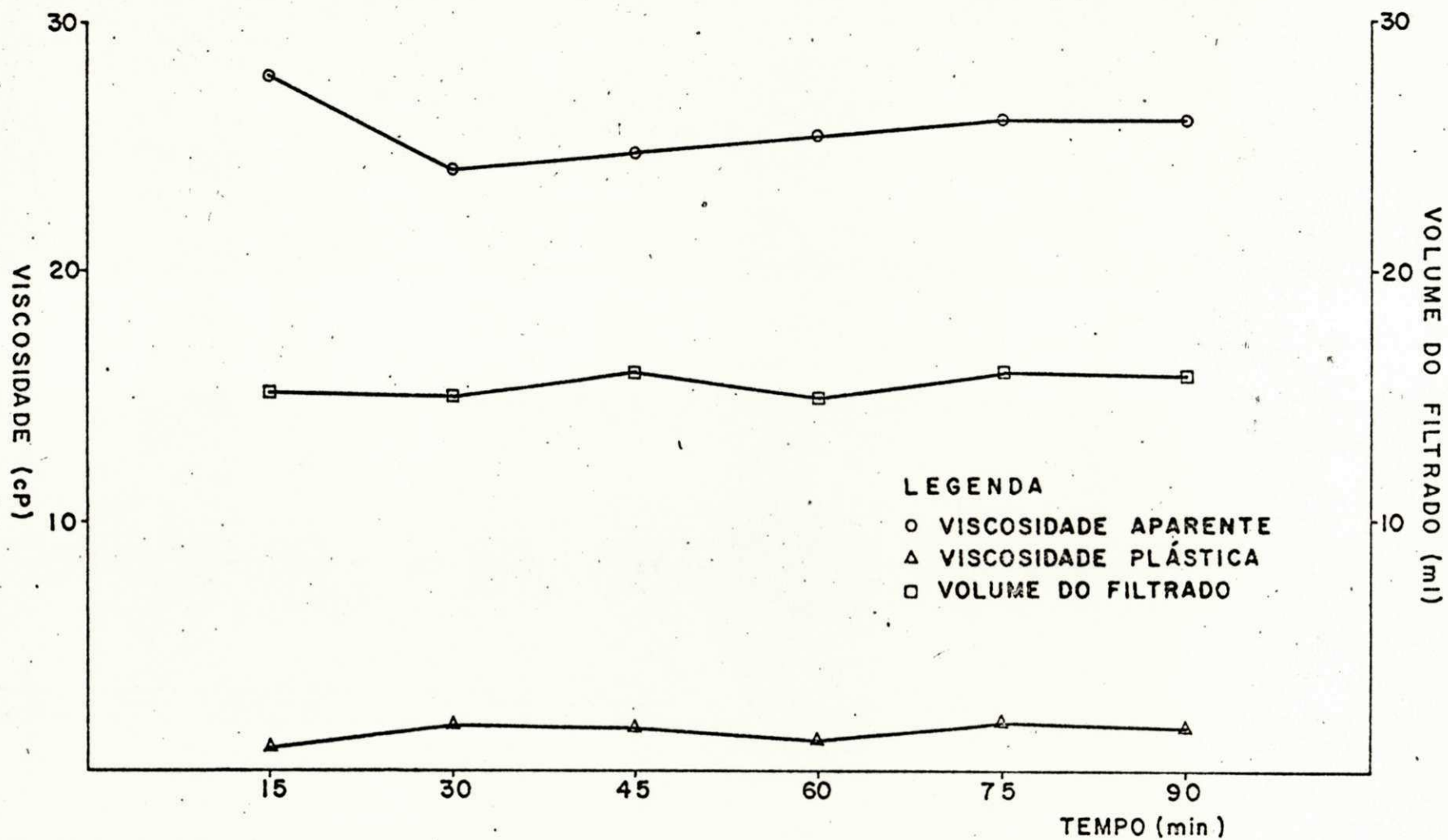


Figura 52 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

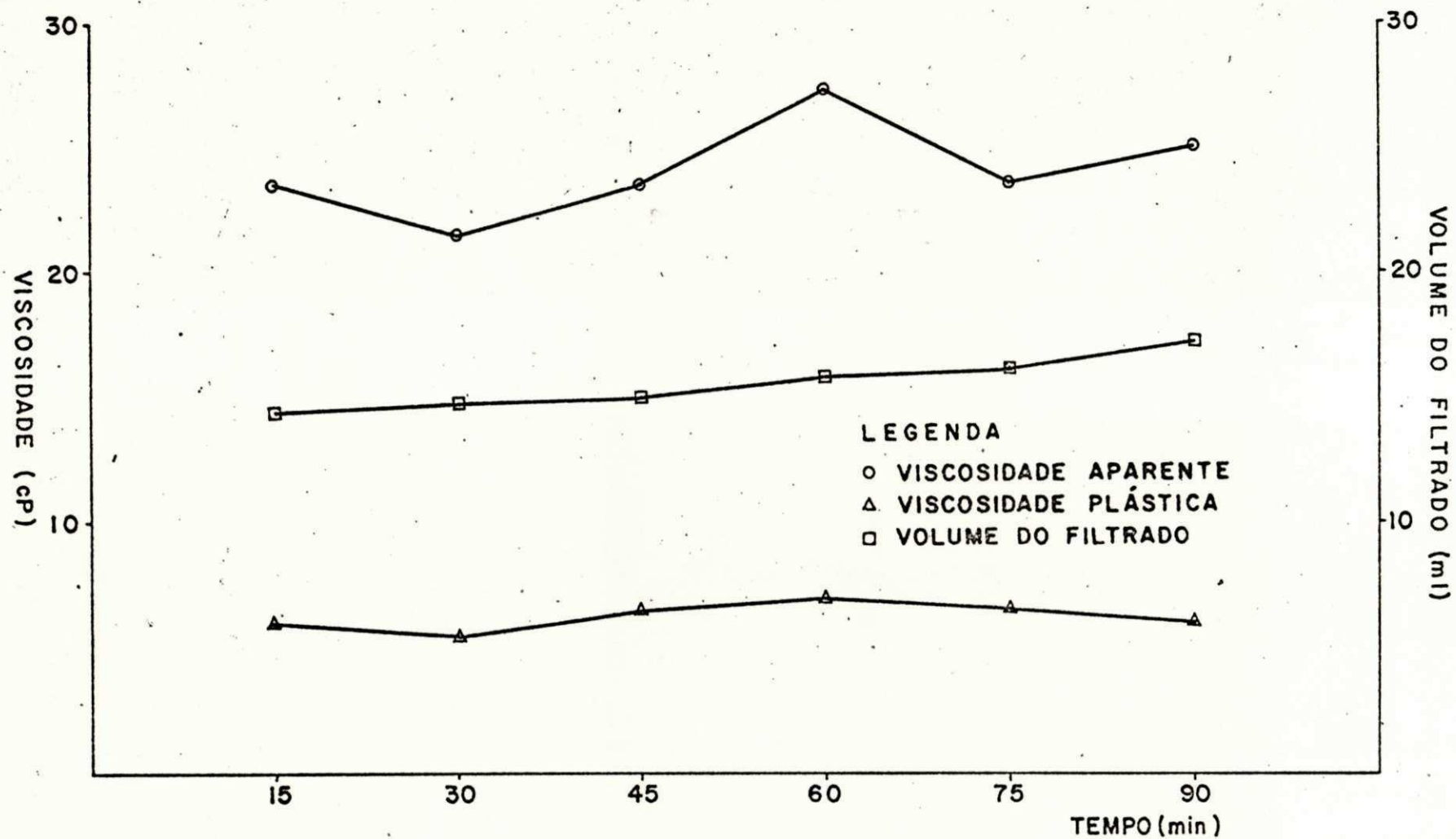


Figura 53 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

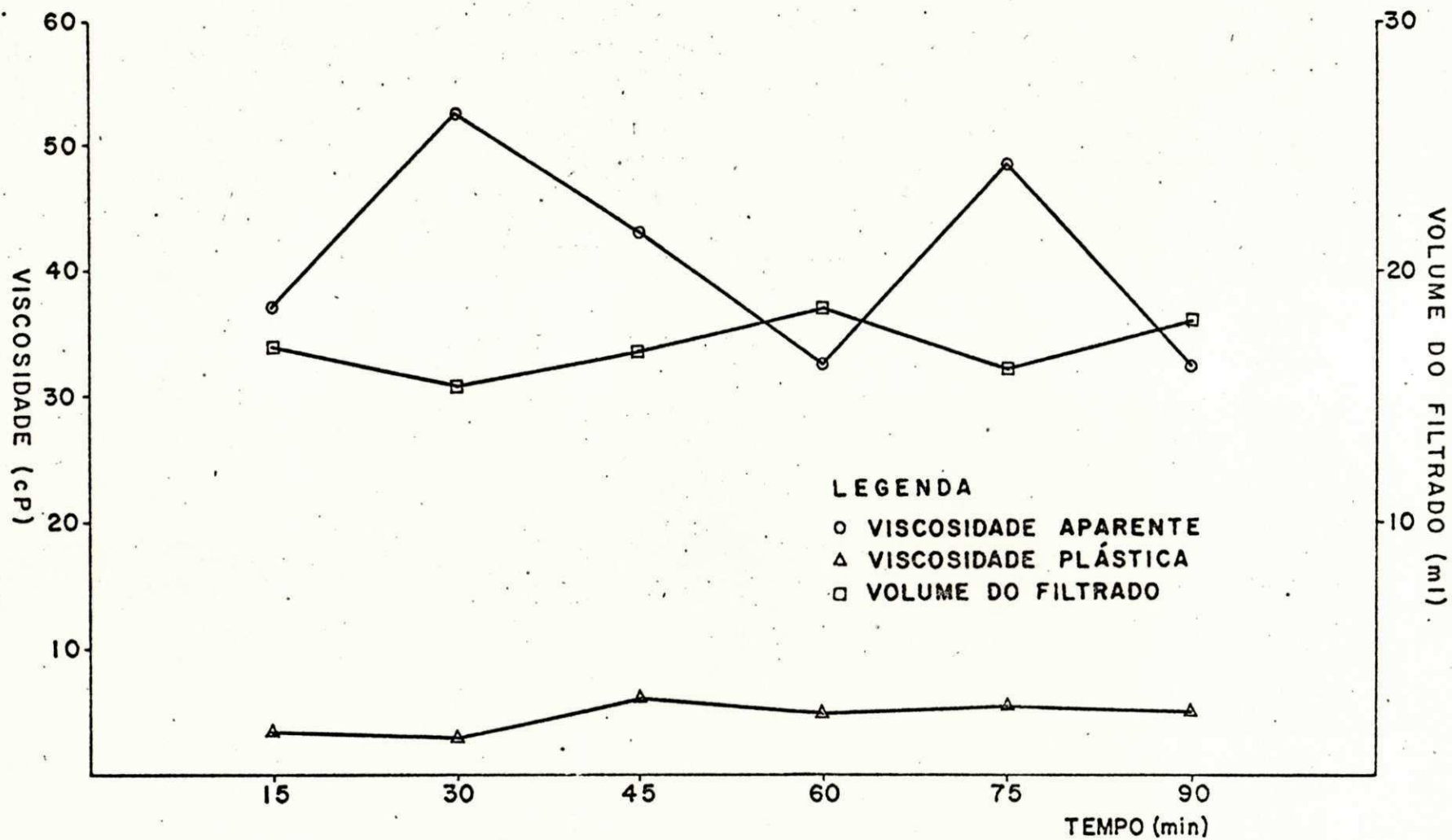


Figura 54 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

Tabela XXV - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	25,8	1,0	14,0	22,0	12,0
VERMELHA		20,3	3,0	16,0	20,0	12,0
SORTIDA		24,5	1,5	15,0	19,6	12,6
VERDE CLARA	30	27,3	1,5	16,6	25,6	11,6
VERMELHA		23,8	3,0	15,8	19,6	12,4
SORTIDA		25,3	1,5	16,6	20,8	11,4
VERDE CLARA	45	21,4	2,0	15,8	22,0	12,2
VERMELHA		20,5	3,0	16,0	22,8	11,0
SORTIDA		22,8	2,0	18,6	20,8	10,0
VERDE CLARA	60	19,8	3,0	17,2	22,0	10,4
VERMELHA		19,0	5,0	18,2	21,2	9,6
SORTIDA		23,4	2,8	17,5	25,2	10,8
VERDE CLARA	75	19,3	3,0	15,2	20,0	13,0
VERMELHA		18,3	3,5	15,8	20,0	9,6
SORTIDA		22,0	3,0	17,8	22,4	7,4
VERDE CLARA	90	20,3	2,8	15,2	20,8	13,2
VERMELHA		18,5	3,0	16,0	20,4	9,6
SORTIDA		23,0	2,0	18,0	23,2	6,8

**Tabela XXVI** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carvão e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR na Temperatura de 150°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Submetida ao efeito da Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	22,8	6,0	17,8	6,0	4,0
VERMELHA		19,0	6,0	15,8	3,6	3,6
SORTIDA		21,5	5,5	15,8	3,2	2,6
VERDE CLARA	30	25,0	6,0	16,1	5,2	3,8
VERMELHA		18,5	6,0	14,5	4,8	3,0
SORTIDA		23,8	6,0	16,1	4,0	3,0
VERDE CLARA	45	16,5	6,0	17,2	5,4	1,8
VERMELHA		15,0	6,0	15,8	6,0	1,4
SORTIDA		18,0	7,5	15,8	4,4	2,0
VERDE CLARA	60	18,8	6,5	15,5	6,4	4,6
VERMELHA		19,8	7,0	16,0	5,2	4,2
SORTIDA		24,5	7,0	16,0	4,0	2,0
VERDE CLARA	75	19,3	6,5	15,8	5,6	4,8
VERMELHA		18,5	6,0	15,5	4,0	3,6
SORTIDA		23,5	6,0	16,0	2,8	3,2
VERDE CLARA	90	19,3	6,5	15,8	5,6	4,8
VERMELHA		17,5	7,0	15,8	4,4	3,6
SORTIDA		23,0	7,0	17,0	3,2	3,4

Tabela XXVII - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C e Tratadas com Carbonato de Sódio na Proporção de 100 meq por 100 g de Argila, Submetida ao efeito da Diálise com CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	51,5	1,0	14,0	6,4	18,8
VERMELHA		51,0	2,0	14,2	6,0	17,0
SORTIDA		52,0	3,0	15,0	4,4	18,6
VERDE CLARA	30	26,0	5,0	20,5	3,6	17,0
VERMELHA		25,5	6,0	14,7	2,4	14,2
SORTIDA		28,8	2,0	15,8	2,8	15,2
VERDE CLARA	45	29,0	5,0	19,2	1,6	10,8
VERMELHA		23,5	4,5	15,2	2,4	17,2
SORTIDA		32,5	3,0	17,5	1,6	15,2
VERDE CLARA	60	29,5	4,0	15,8	4,0	16,4
VERMELHA		32,5	4,0	15,8	7,2	18,2
SORTIDA		52,5	2,0	15,6	3,6	16,6
VERDE CLARA	75	19,0	5,0	18,0	2,4	15,4
VERMELHA		30,0	4,0	15,5	3,2	14,8
SORTIDA		32,0	4,0	17,8	1,4	17,6
VERDE CLARA	90	19,5	5,0	18,0	2,0	16,6
VERMELHA		22,0	5,0	16,1	2,4	16,4
SORTIDA		31,5	4,0	18,0	1,6	16,8

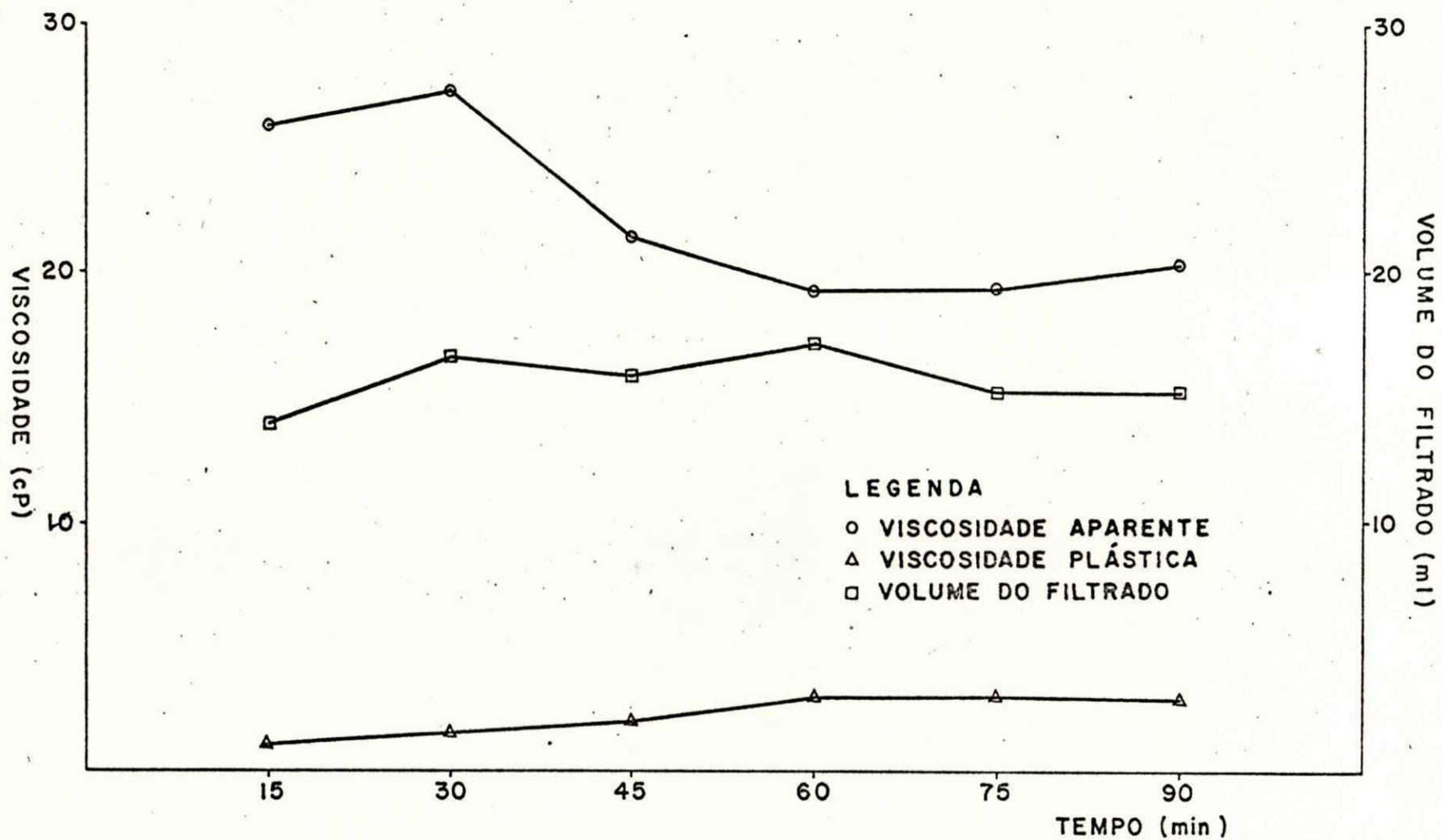


Figura 55 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise



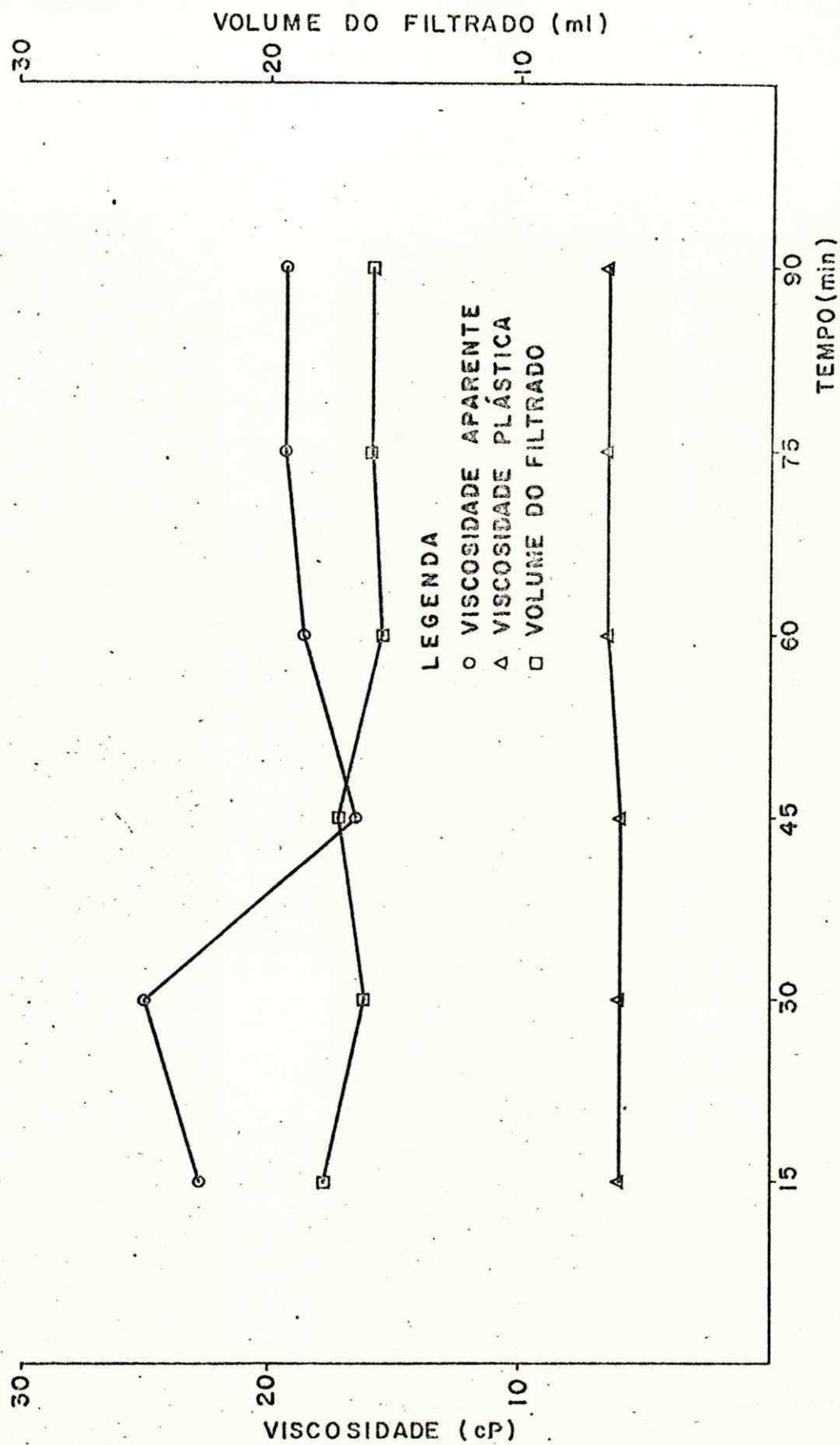


Figura 56 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Argilas Esmeçtíficas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

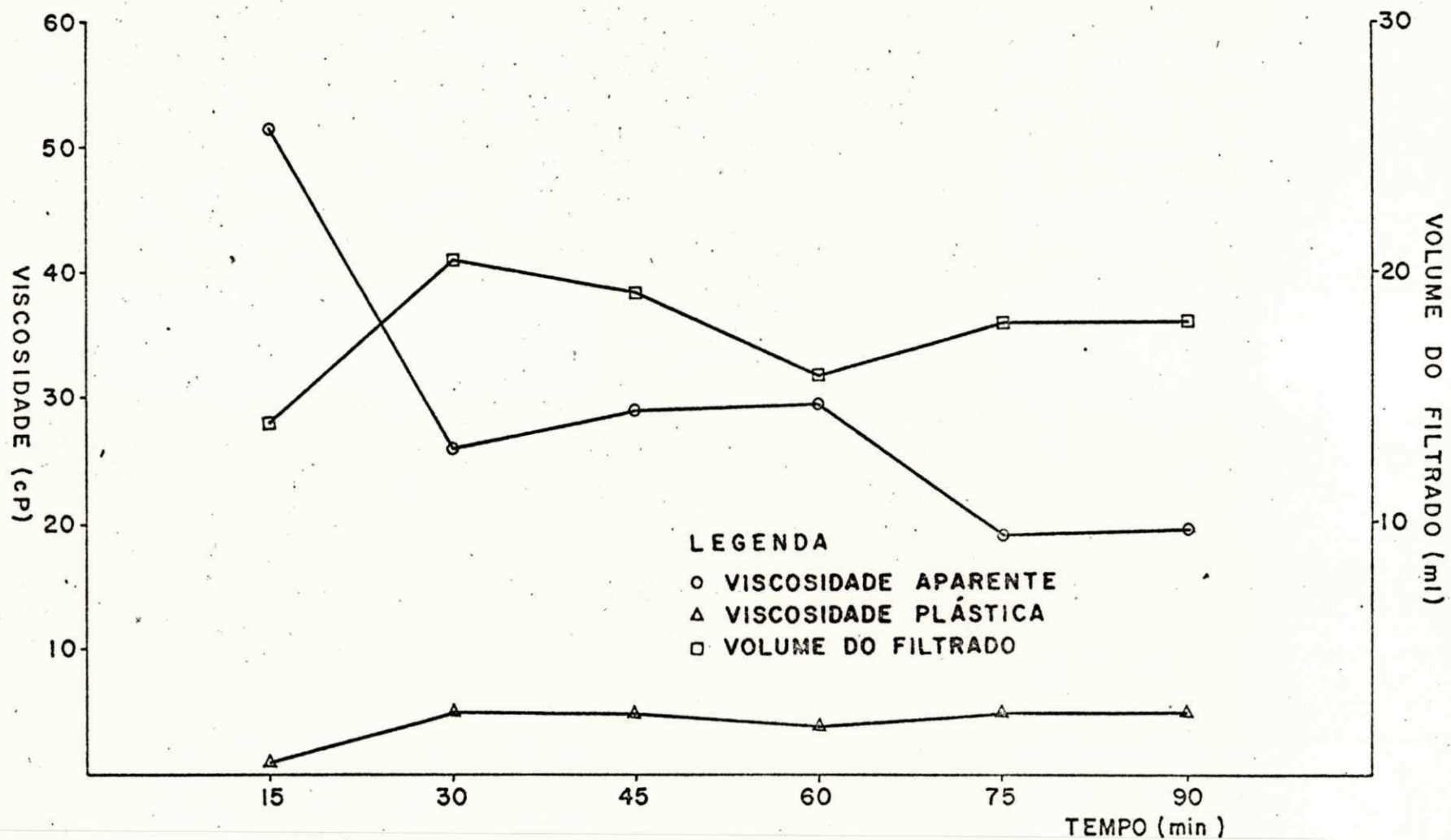


Figura 57 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

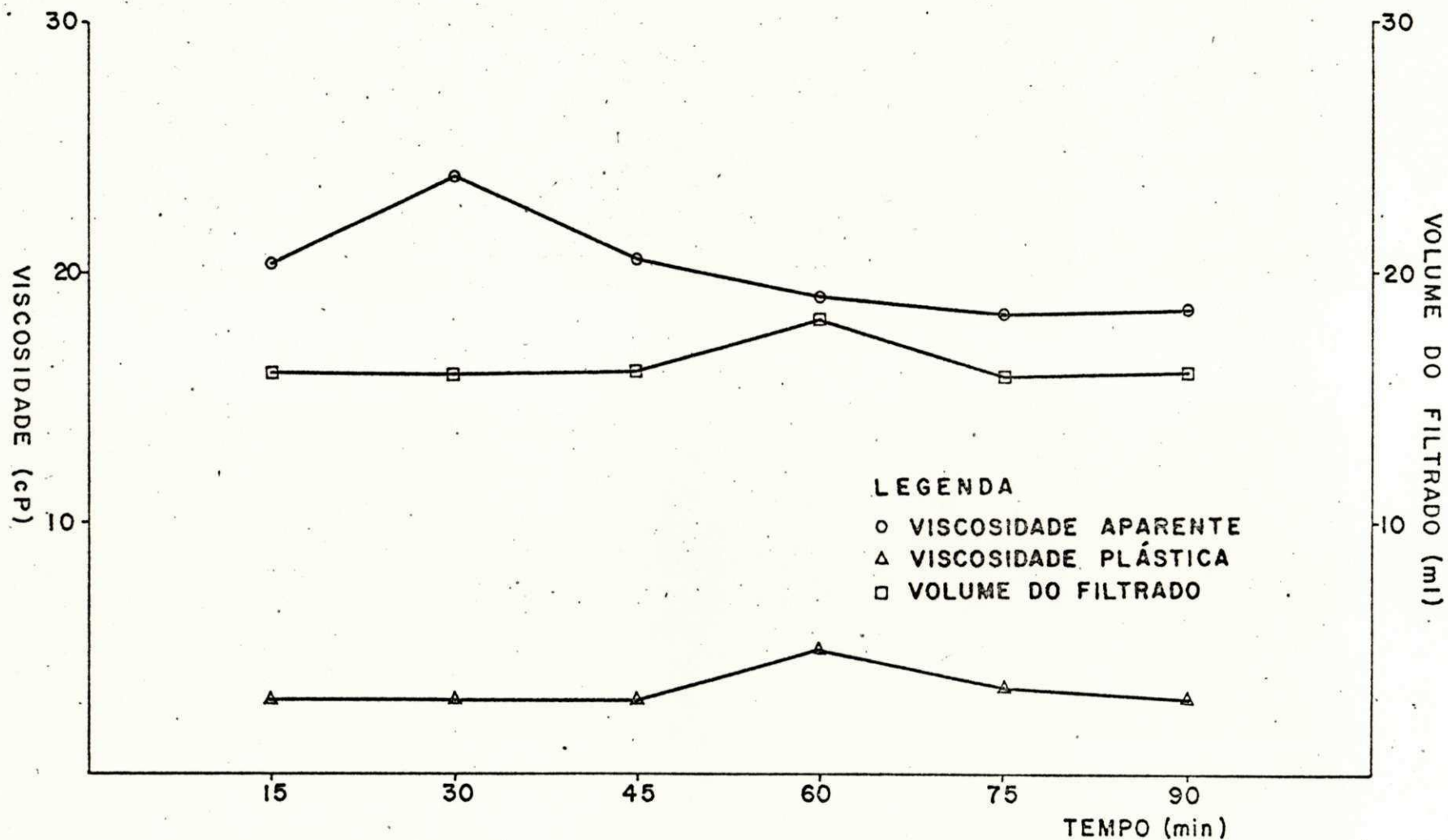


Figura 58 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

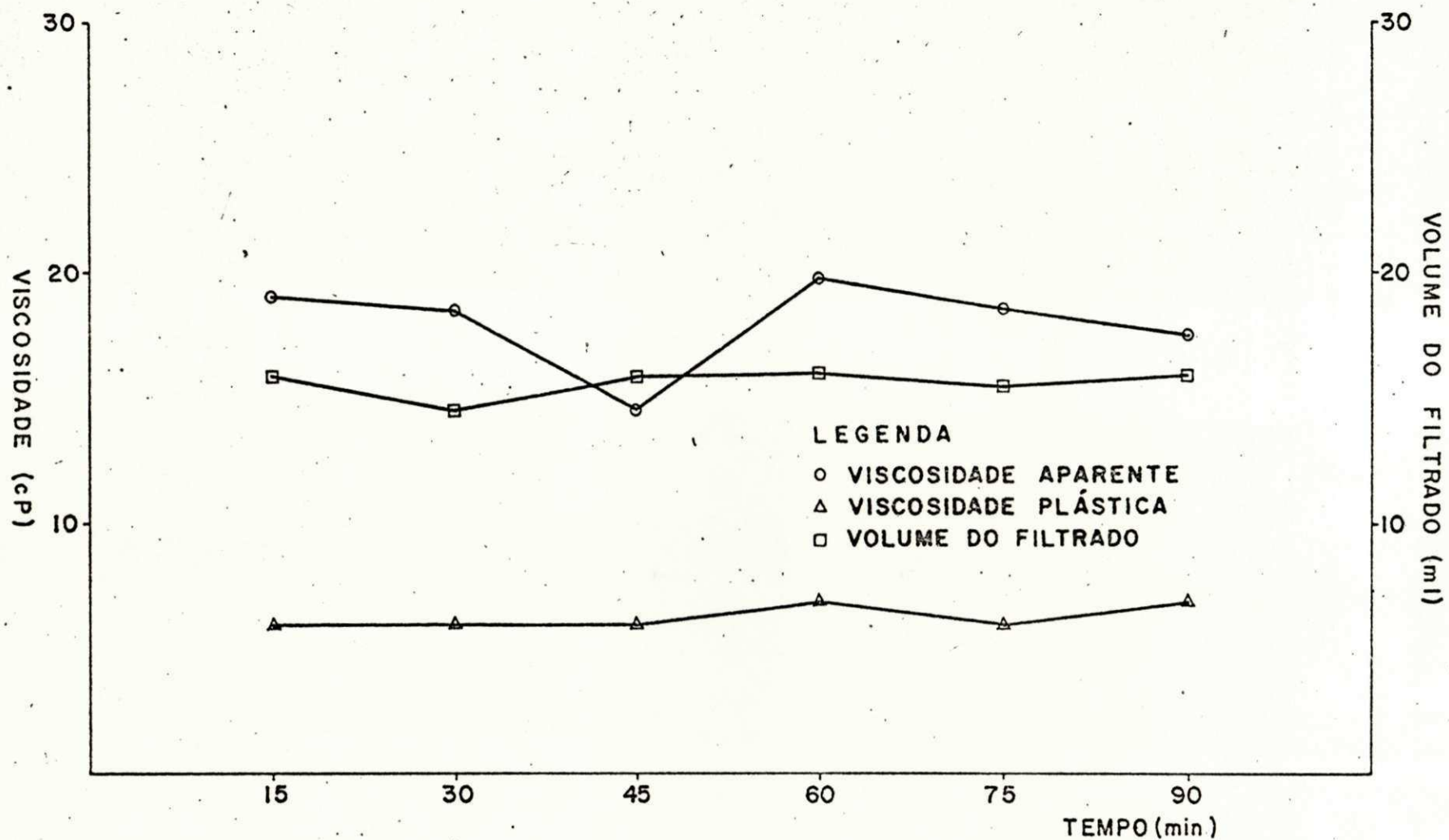


Figura 59 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

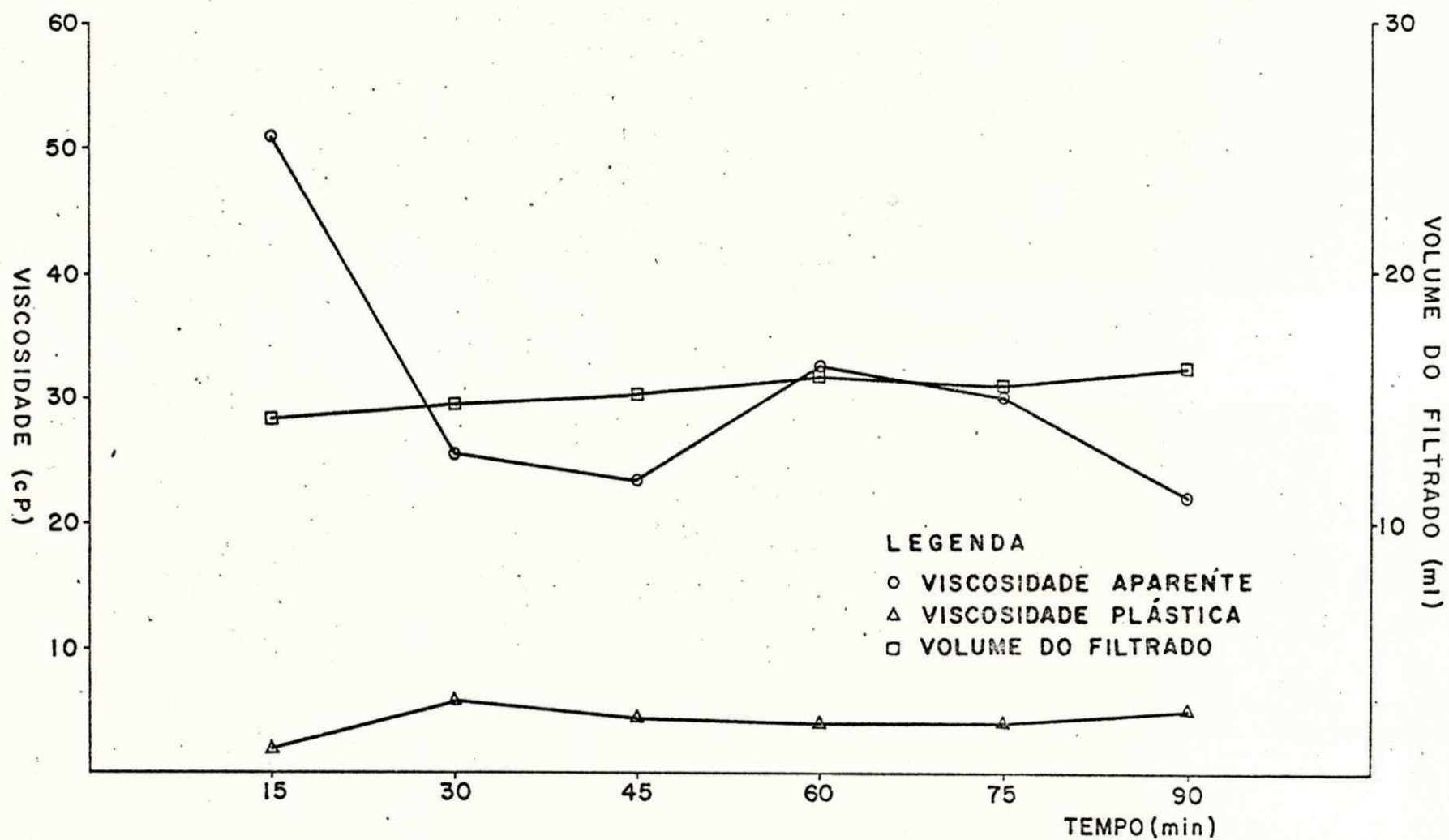


Figura 60 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>

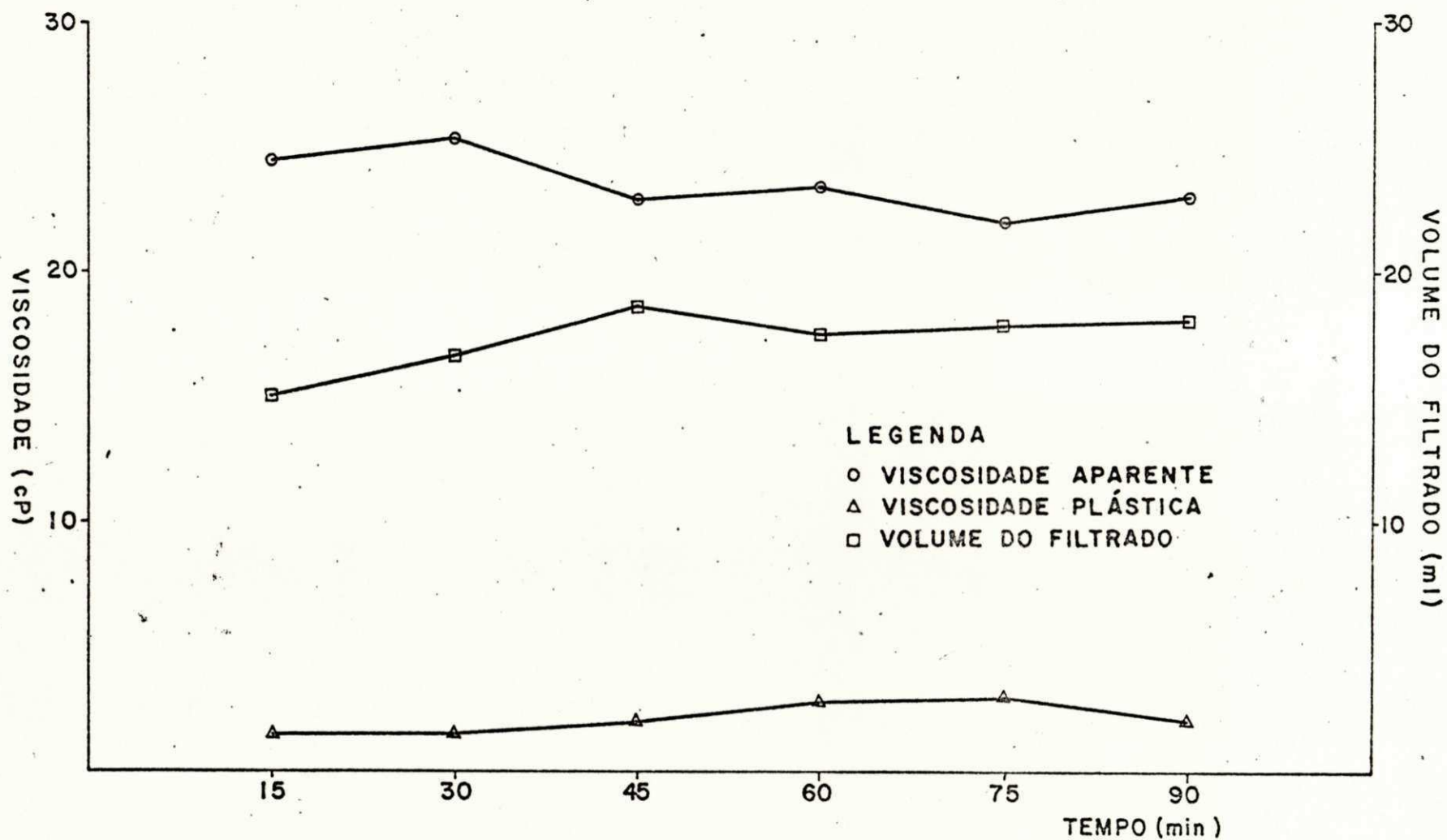


Figura 61 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, sem Diálise

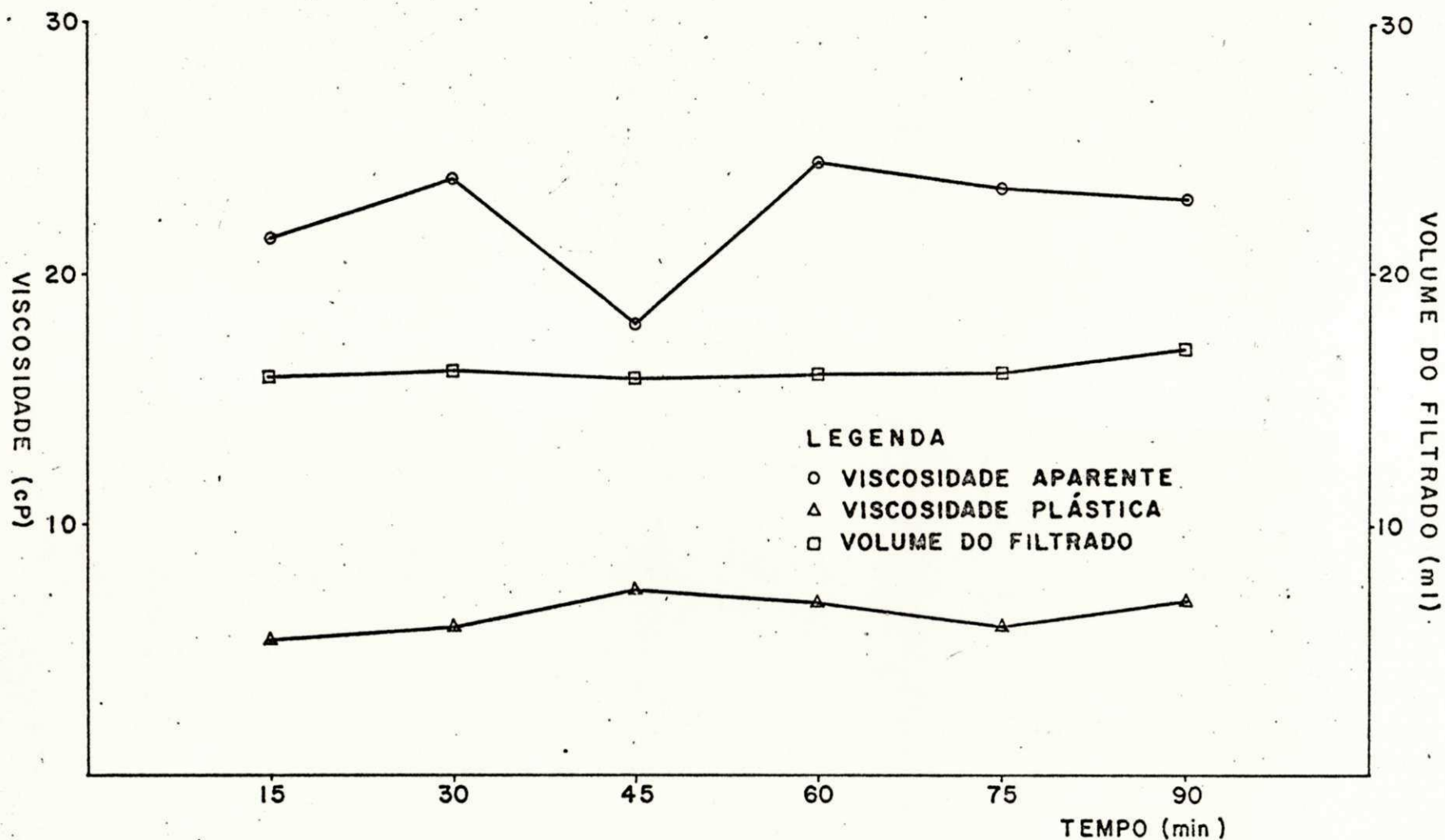


Figura 62 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise

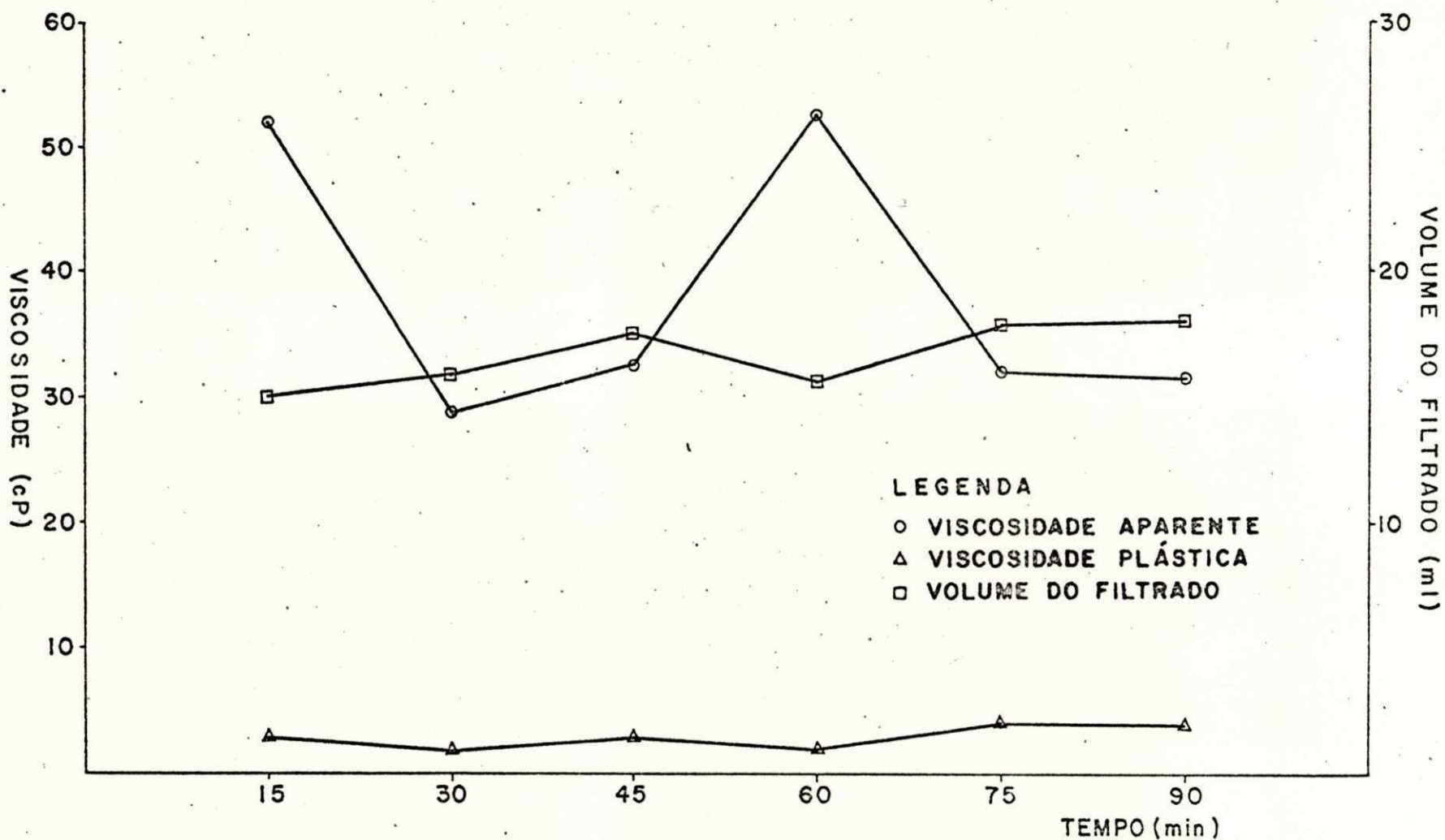


Figura 63 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa.Vista-Pb, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 150°C, sendo dosada após Autoclavagem, após Diálise com CO<sub>2</sub>



altos teores de bicarbonato, prejudicando, assim, as propriedades reológicas, com alta viscosidade aparente e baixa viscosidade plástica, estando, portanto, fora das especificações da Petrobrás (1968).

Comparando o processo IV com o processo II, observam-se que as amostras sem  $\text{CO}_2$  apresentam comportamento semelhante para as temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$  do processo IV, e que em ambos os processos a diálise favorece bastante as propriedades reológicas.

Comparando o processo IV com o processo II após o uso de  $\text{CO}_2$  observa-se comportamento semelhante para a temperatura de  $110^\circ\text{C}$ , a partir de 90 min de cura; porém com o aumento da temperatura para  $130^\circ\text{C}$  (processo IV) os resultados melhoraram bastante, a partir de 60 min de cura em comparação com processo II. O mesmo comportamento aconteceu para as amostras com o aumento da temperatura para  $150^\circ\text{C}$ .

Comparando o processo IV com o III, observa-se que as amostras sem  $\text{CO}_2$  apresentam comportamento diferente, pois os resultados na temperatura a  $110^\circ\text{C}$  (processo IV) estão todos acima das especificações da Petrobrás (1968) o mesmo não aconteceu para o processo III. Idêntico comportamento, verificou-se para as amostras após o aumento da temperatura para  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ .

Comparando o processo IV com o III após o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se, comportamento semelhante quanto aos teores de carbonato e bicarbonato para a temperatura de  $110^\circ\text{C}$ , porém quanto às propriedades reológicas, há comportamento diferente, apresentando o processo III todos os resultados de viscosidade plástica acima das especificações da Petrobrás (1968)

enquanto para o processo IV, a partir de 75 min de cura a apresenta para as três amostras em estudo, resultados fora das especificações da Petrobrás (1968). Com o aumento da temperatura para 130°C, nota-se que para o processo III todos os resultados de viscosidade aparente e grande maioria dos resultados do volume do filtrado estão fora das especificações da Petrobrás (1968) enquanto para o processo IV, a partir de 60 min de cura, os resultados são favoráveis aos especificados pela Petrobrás (1968). Com o aumento da temperatura para 150°C, observa-se que o processo IV apresenta, a partir de 75 min de cura, todos os resultados favoráveis aos especificados pela Petrobrás (1968) enquanto para o processo III todos os resultados apresentados estão fora dos especificados pela Petrobrás (1968).

Comparando-se no processo IV, as propriedades reológicas sem o uso de CO<sub>2</sub> e, após o uso de CO<sub>2</sub>, observa-se que os resultados das propriedades reológicas para as três amostras em estudo, nas temperaturas de 110°C, 130°C e 150°C sem CO<sub>2</sub> estão acima das especificações da Petrobrás (1968) enquanto após o uso de CO<sub>2</sub>, o comportamento das amostras é semelhante para as três temperaturas, apresentando a maioria dos resultados fora das especificações da Petrobrás (1968). Este comportamento é atribuído ao uso de CO<sub>2</sub> que, por ser solúvel, tende a flocular o sistema e, conseqüentemente prejudicar as propriedades reológicas.

Em resumo, observa-se que:

- 1 - A cura das argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida em autoclave, e posterior

tratamento com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila não prejudica - segundo resultados apresentados - as propriedades reológicas das amostras apresentando os mesmos comportamentos frente aos especificados pela Petrobrás (1968) para a temperatura de 110°C. O mesmo não acontece para as temperaturas de 130°C e 150°C.

2 - A diálise exerce efeito bastante significativo nas propriedades reológicas das argilas esmectíticas em estudo, apresentando para as temperaturas de 110°C, 130°C e 150°C grande melhoria, obtendo resultados adequados frente às especificações da Petrobrás, para uso como agente tixotrópico para fluidos de perfuração de poços de petróleo.

3 - Com o uso de CO<sub>2</sub>, há tendência para aumentar os teores de bicarbonato e, conseqüentemente prejudicar as propriedades reológicas das amostras em estudo, as quais representam a grande maioria dos resultados fora das especificações da Petrobrás (1968).

4 - Nesta condição, para as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, o efeito da diálise é semelhante ao da temperatura.

5 - Os teores de carbonato e bicarbonato não interferem nas propriedades reológicas para as três amostras em estudo na temperatura de 110°C. O mesmo não acontece nas amostras com temperatura de 130°C e 150°C.

#### 4.2.5 - Quinto Processo (Fluxograma V)

Os resultados obtidos com as argilas esmectíticas, após tratamento com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100g de argila e secagem das amostras com ventilação a 40°C e, posteriormente curadas em autoclave com 100% UR na temperatura de 110°C, estão apresentados nas Tabelas XXVIII a XXX e Figuras 64 a 72. Estes resultados mostram que as argilas esmectíticas sem diálise, apresentam baixos valores de viscosidade aparente e plástica e altos valores de volume do filtrado, estando floculados (com sedimentação) não satisfazendo às especificações da Petrobrás (1968). Apresentam, também, elevados teores de carbonato e bicarbonato. Após o efeito da diálise, observa-se apenas diminuição nos teores de carbonato e bicarbonato, porém, segundo resultados apresentados, as propriedades reológicas apresentam comportamento semelhante às amostras sem diálise. Nesta mesma condição, mas após efeito da diálise com o uso de CO<sub>2</sub>, observa-se que os teores de carbonato diminuem, enquanto os de bicarbonato aumentam, contudo quanto às especificações reológicas, o comportamento foi semelhante às amostras sem diálise e, após diálise.

Com o aumento da temperatura para 130°C (Tabela XXXI a XXXIII e Figuras de 73 a 81) e 150°C (Tabelas XXXIV a XXXVI e Figuras de 82 a 90) observa-se comportamento semelhante aos descritos para a temperatura de 110°C com as amostras sem diálise, após diálise e após diálise com o uso de CO<sub>2</sub>.

Comparando o Processo V com o II, observa-se que as amostras sem o uso de CO<sub>2</sub> apresentam todos os resultados das

**Tabela XXVIII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado, Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	14,0	4,0	20,0	11,2	15,6
VERMELHA		6,3	5,0	16,5	11,2	15,6
SORTIDA		5,9	4,5	19,5	12,6	5,4
VERDE CLARA	30	7,0	5,3	22,0	13,6	9,7
VERMELHA		5,5	4,8	19,5	13,0	7,1
SORTIDA		9,2	5,8	18,0	10,8	7,4
VERDE CLARA	45	6,4	4,5	22,0	15,2	6,6
VERMELHA		4,3	2,8	16,3	16,0	4,4
SORTIDA		4,2	3,3	19,7	15,2	3,6
VERDE CLARA	60	4,5	3,2	17,7	13,6	5,0
VERMELHA		4,8	3,0	17,3	14,0	4,0
SORTIDA		5,5	3,0	21,3	16,0	3,0
VERDE CLARA	75	9,7	3,8	18,5	15,6	7,4
VERMELHA		6,5	4,5	19,6	14,8	6,6
SORTIDA		4,7	3,5	18,7	15,6	7,4
VERDE CLARA	90	5,5	3,5	19,1	13,2	5,4
VERMELHA		3,2	2,5	29,9	16,0	1,2
SORTIDA		4,0	2,5	19,8	12,8	4,2

**Tabela XXIX** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeectíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de Argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, Posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	9,2	6,8	21,0	3,4	3,6
VERMELHA		6,7	5,3	17,5	3,4	3,6
SORTIDA		7,7	5,8	18,5	4,4	6,0
VERDE CLARA	30	9,3	7,5	20,3	3,4	5,2
VERMELHA		7,4	6,3	17,0	4,0	4,5
SORTIDA		10,0	7,8	16,0	3,6	3,4
VERDE CLARA	45	7,9	5,3	22,7	7,6	5,6
VERMELHA		5,5	3,5	18,6	6,8	5,2
SORTIDA		5,5	4,3	18,6	5,2	4,0
VERDE CLARA	60	6,3	3,5	19,4	3,6	3,2
VERMELHA		6,8	4,5	19,0	3,2	2,4
SORTIDA		5,8	4,0	19,4	4,0	2,8
VERDE CLARA	75	9,5	6,0	21,9	6,0	4,0
VERMELHA		7,5	4,5	20,5	4,0	3,2
SORTIDA		6,0	4,0	20,2	4,0	3,0
VERDE CLARA	90	7,0	4,0	17,5	4,4	4,2
VERMELHA		4,8	2,0	21,4	4,0	2,8
SORTIDA		5,0	2,5	15,8	2,4	4,0

**Tabela XXX** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeectílicas de Boa Vista, Paraíba Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 110°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	15,9	5,5	18,5	0,8	6,2
VERMELHA		5,9	3,5	21,5	0,8	6,2
SORTIDA		6,3	3,8	22,1	1,6	10,8
VERDE CLARA	30	8,8	6,0	19,0	0,8	7,2
VERMELHA		5,0	4,0	22,8	2,4	11,2
SORTIDA		4,8	3,5	25,0	1,6	9,2
VERDE CLARA	45	6,0	4,0	20,4	0,8	9,2
VERMELHA		5,8	3,5	19,3	1,2	9,8
SORTIDA		5,5	3,0	22,4	0,8	10,6
VERDE CLARA	60	15,0	6,0	21,4	2,4	9,8
VERMELHA		5,0	3,0	19,6	2,0	8,8
SORTIDA		5,3	3,0	23,6	2,8	9,0
VERDE CLARA	75	16,0	6,5	21,8	1,2	10,4
VERMELHA		7,5	5,0	20,7	0,8	8,0
SORTIDA		11,5	5,0	19,8	0,8	9,2
VERDE CLARA	90	6,0	4,0	20,2	1,2	8,8
VERMELHA		4,3	3,5	16,6	1,2	7,4
SORTIDA		5,5	4,0	22,8	0,8	9,2

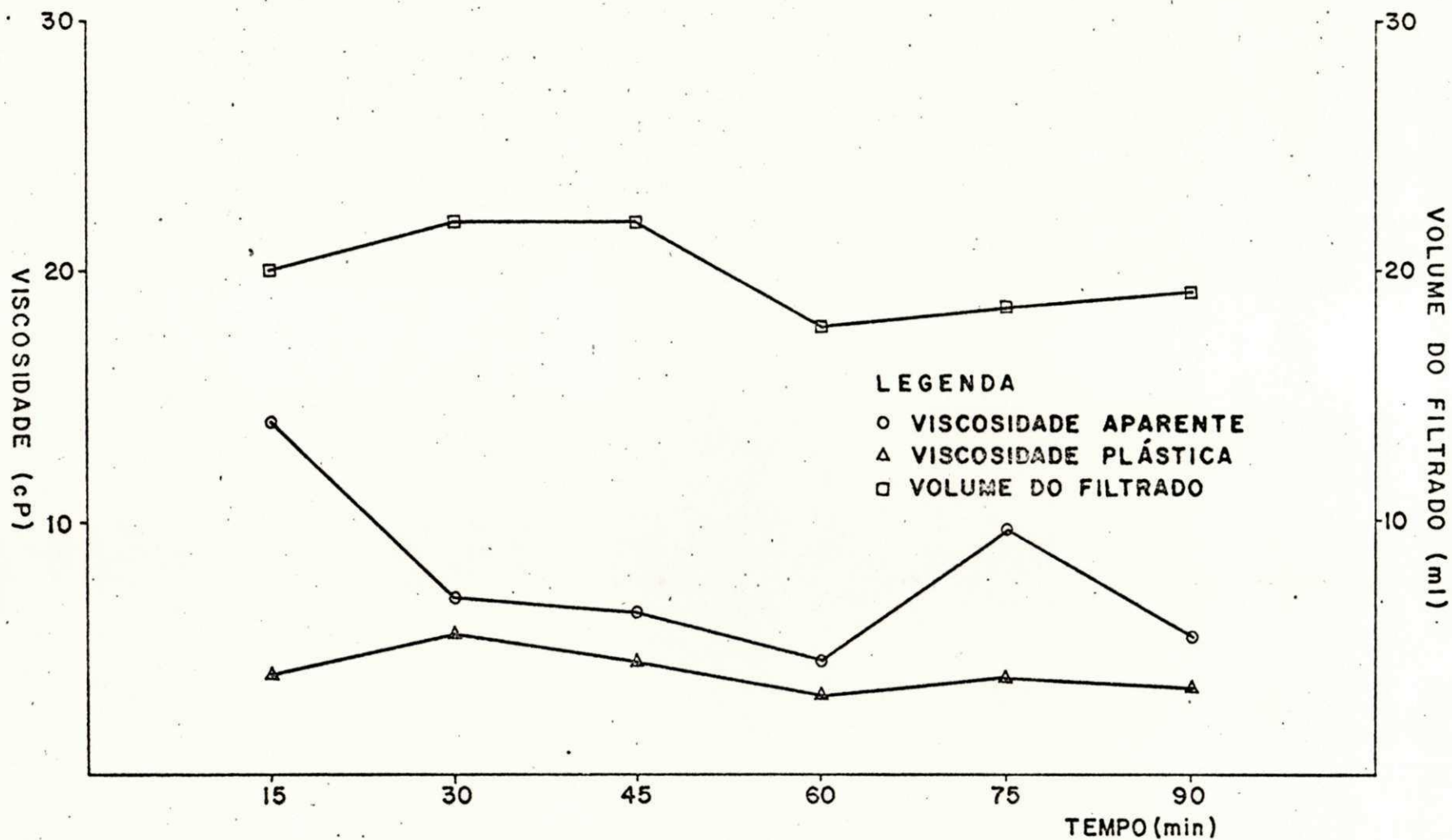


Figura 64 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sem Diálise



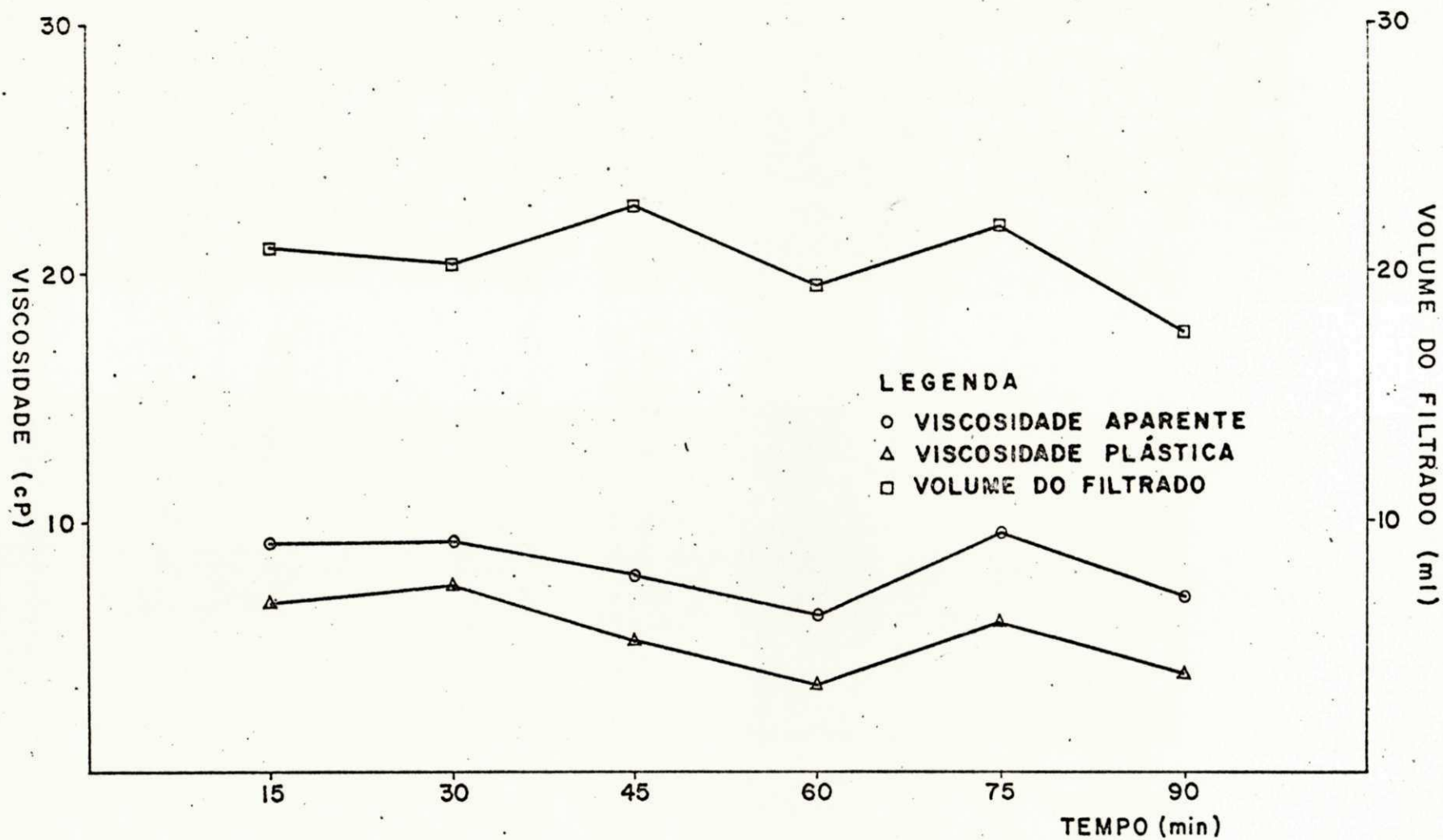


Figura 65 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise

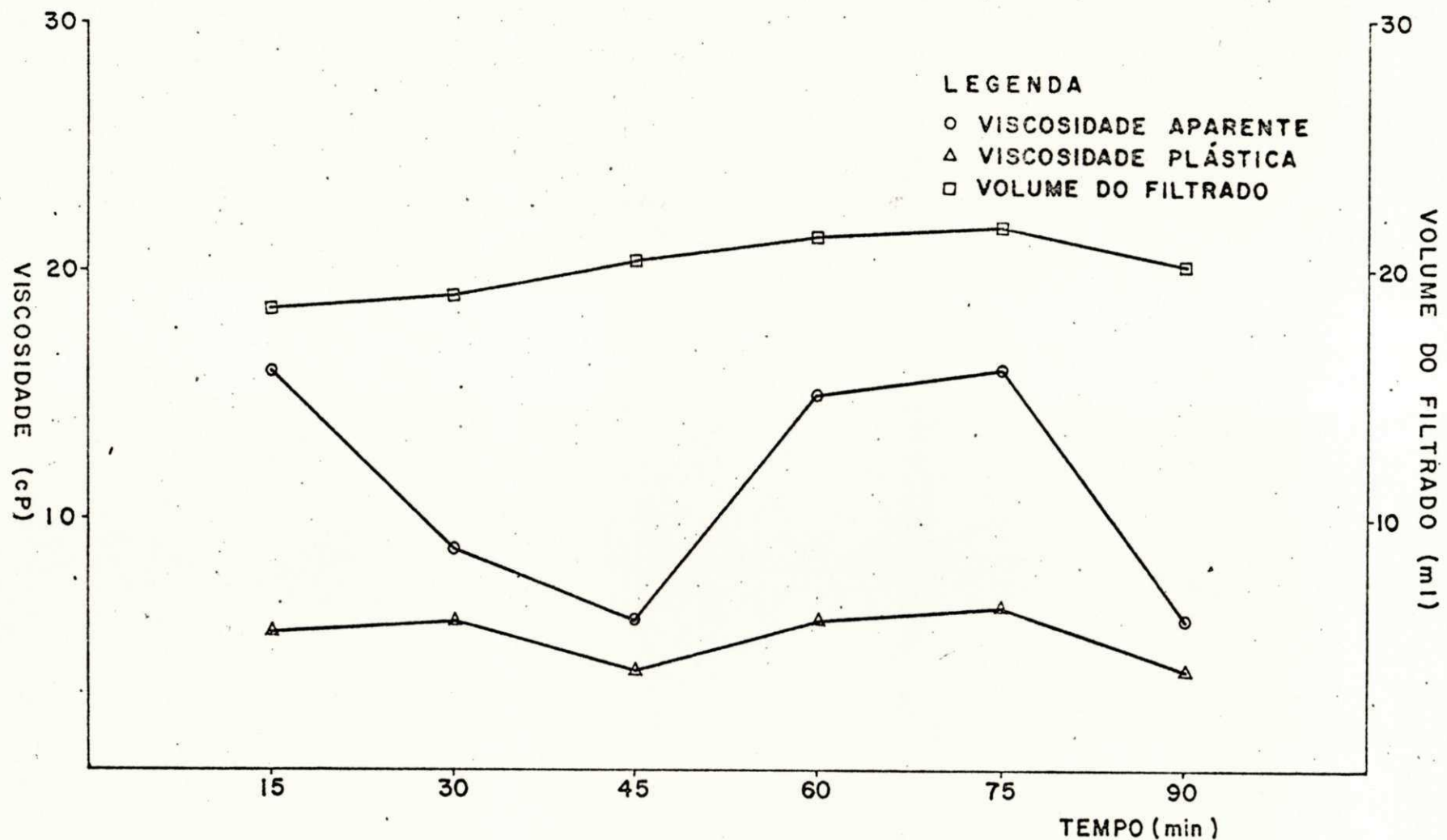


Figura 66 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>

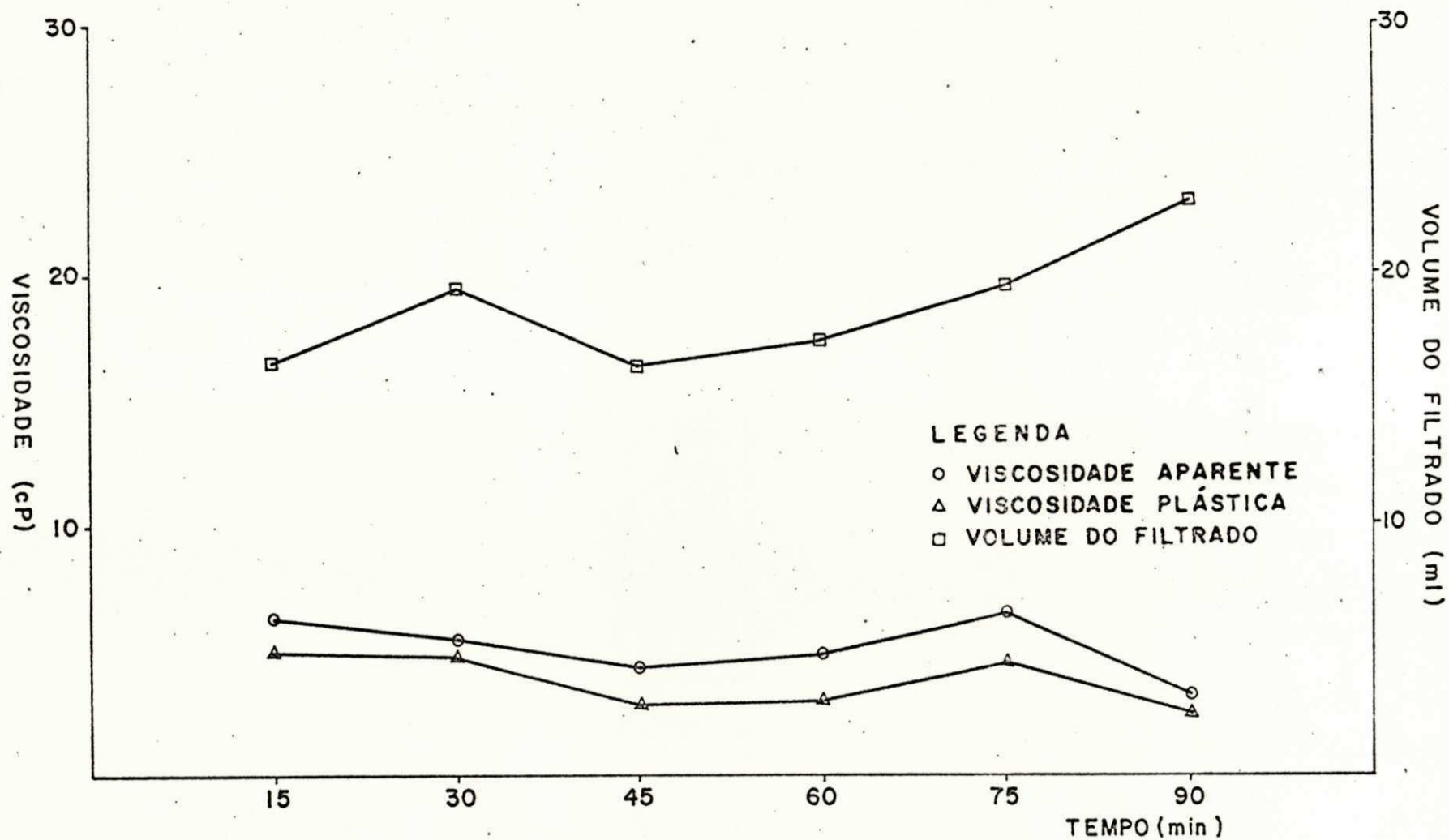


Figura 67 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetidas à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sem Diálise.

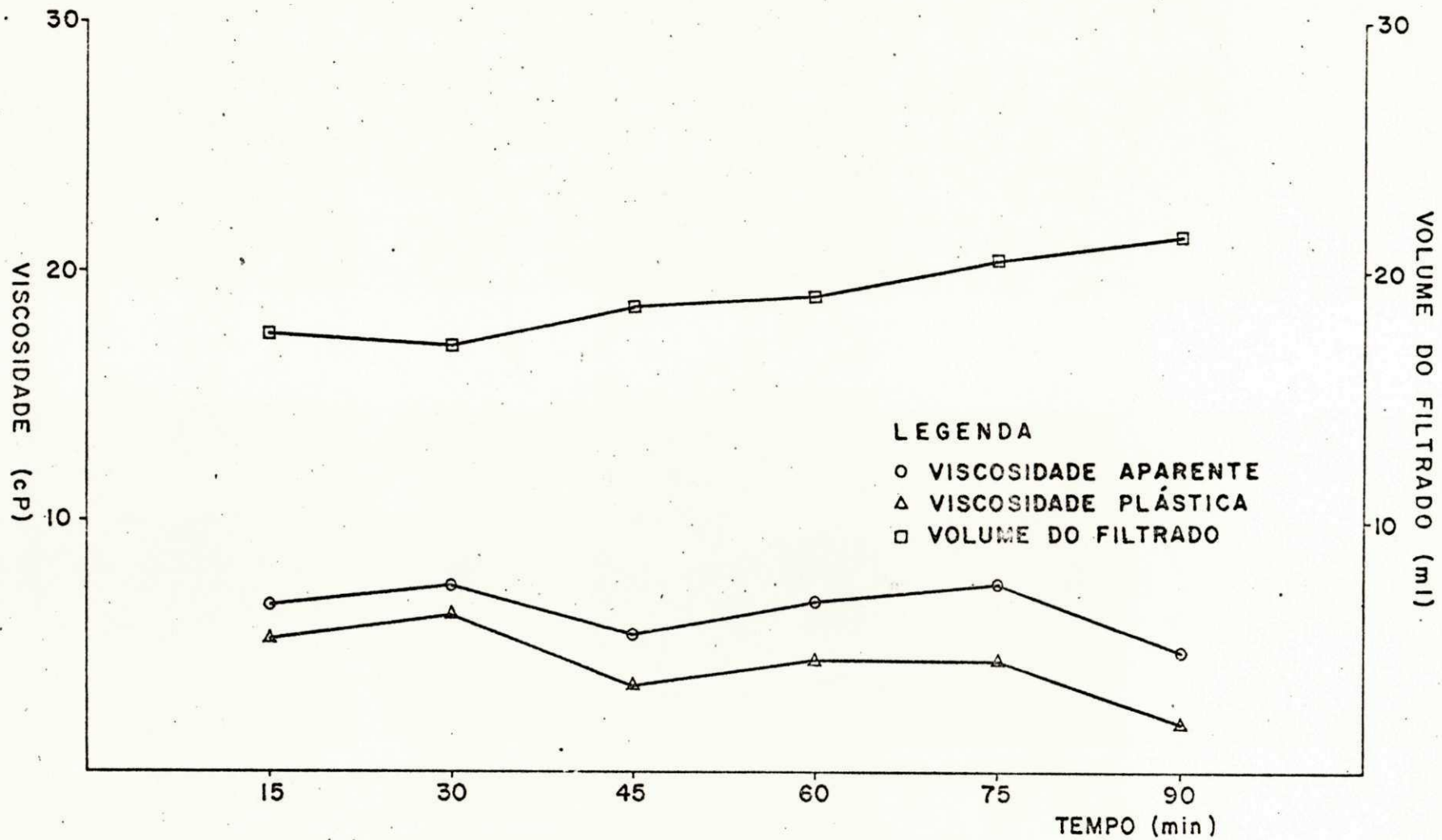


Figura 68 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise

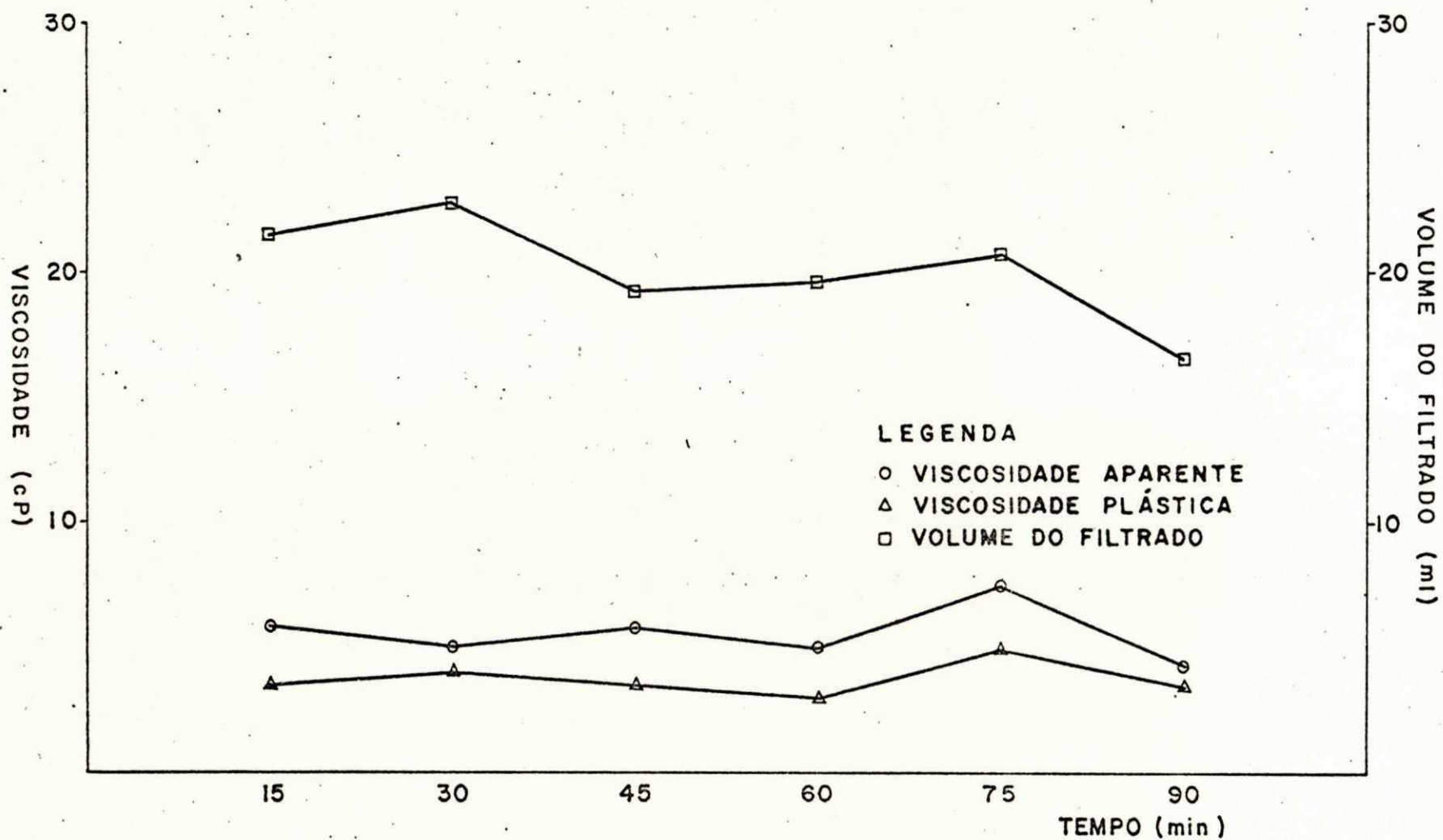


Figura 69 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, Submetida à secagem com ventilação à 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

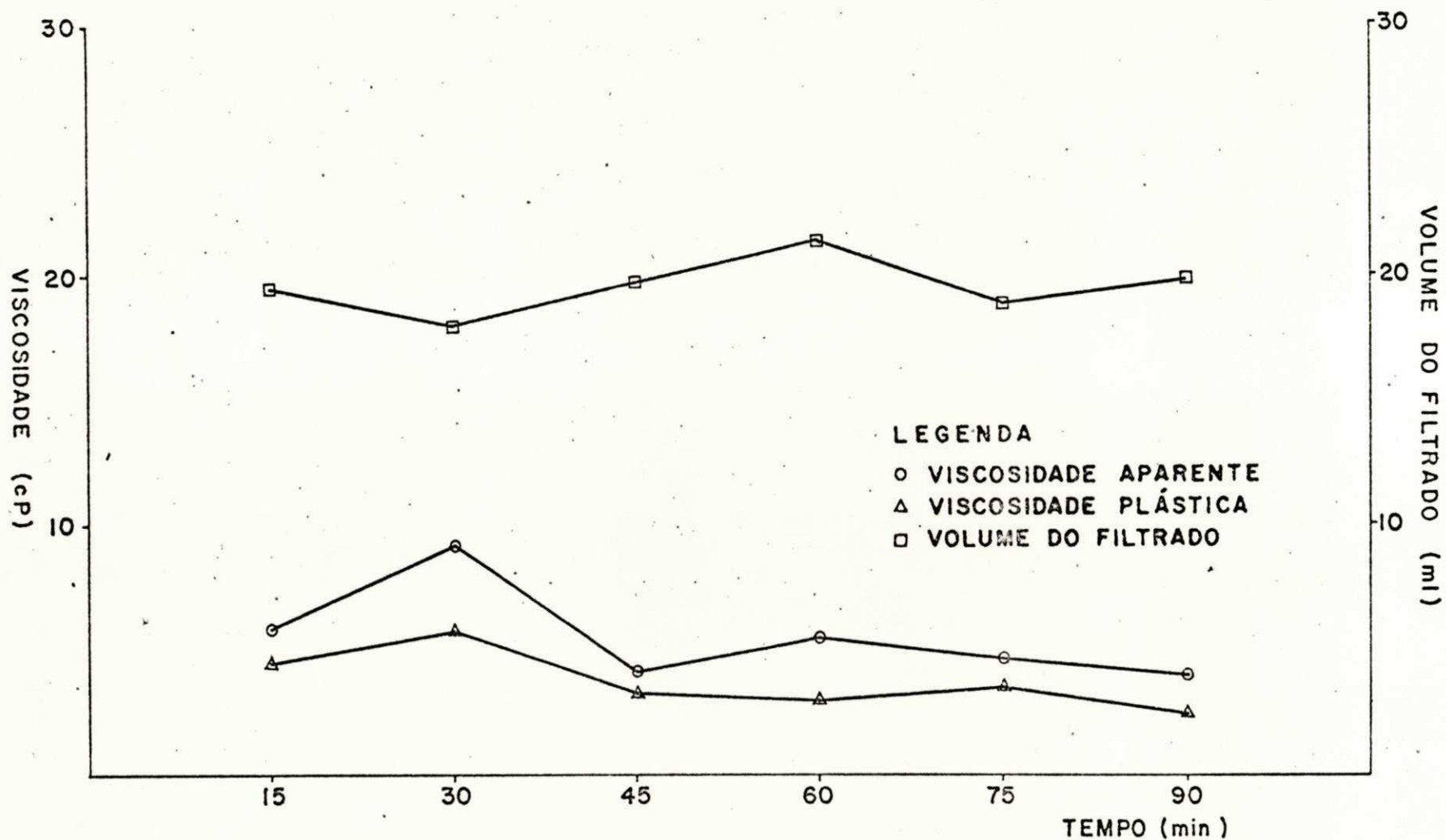


Figura 70 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, sem Diálise

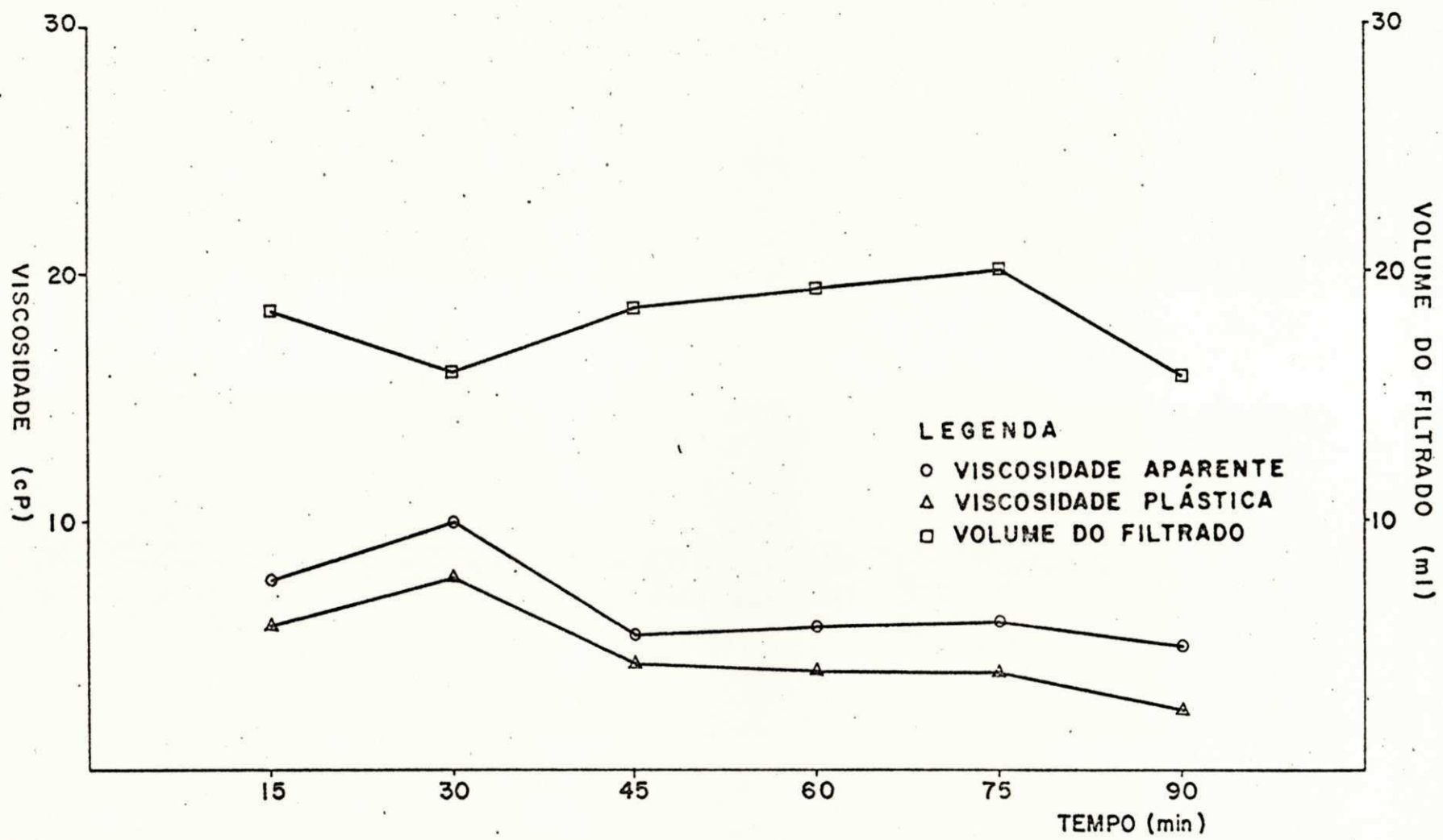


Figura 71 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise

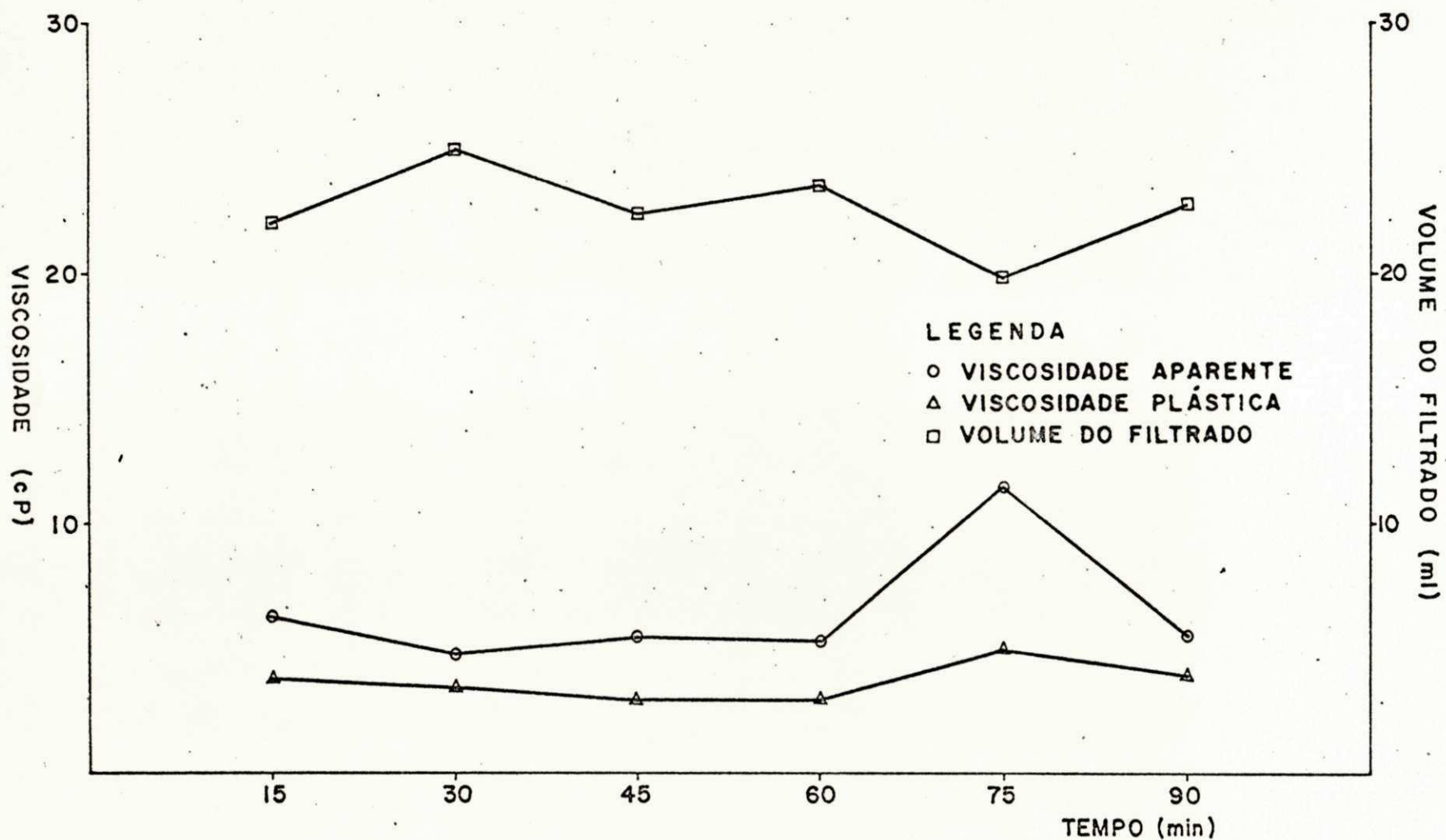


Figura 72 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 110°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>



**Tabela XXXI** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% de UR na Temperatura de 130°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	3,8	2,0	27,5	12,8	3,2
VERMELHA		3,3	2,5	23,0	12,0	3,0
SORTIDA		3,8	2,5	21,4	12,0	3,2
VERDE CLARA	30	3,6	2,0	34,8	12,8	3,8
VERMELHA		3,8	2,5	22,2	12,0	4,0
SORTIDA		5,0	3,3	19,4	9,6	4,8
VERDE CLARA	45	3,5	2,5	19,4	10,0	6,0
VERMELHA		3,8	3,3	25,0	10,4	4,8
SORTIDA		3,0	2,0	25,0	9,6	3,2
VERDE CLARA	60	3,8	2,5	17,8	8,4	5,6
VERMELHA		3,4	2,3	23,3	12,0	4,2
SORTIDA		3,3	2,0	32,4	10,4	3,6
VERDE CLARA	75	3,5	2,0	21,9	10,0	4,6
VERMELHA		3,0	2,0	36,2	12,0	3,0
SORTIDA		3,0	2,0	33,0	11,2	1,8
VERDE CLARA	90	4,5	3,0	19,6	8,4	6,2
VERMELHA		3,4	2,5	25,6	10,0	4,8
SORTIDA		3,3	2,0	34,9	11,6	2,4

**Tabela XXXII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	4,0	2,0	24,2	4,0	2,6
VERMELHA		3,5	2,0	21,4	3,6	3,6
SORTIDA		4,0	3,0	20,5	2,4	2,2
VERDE CLARA	30	4,3	2,0	27,5	2,8	3,8
VERMELHA		4,0	2,0	20,0	3,6	4,6
SORTIDA		5,3	3,5	18,0	3,2	4,2
VERDE CLARA	45	3,8	2,0	16,4	2,8	3,4
VERMELHA		4,5	3,0	20,0	2,0	2,4
SORTIDA		3,8	2,5	31,2	3,2	2,2
VERDE CLARA	60	5,0	3,0	17,2	1,2	3,8
VERMELHA		5,0	3,0	20,0	2,0	1,6
SORTIDA		3,5	3,0	27,5	2,8	1,6
VERDE CLARA	75	4,0	2,0	20,0	2,8	3,2
VERMELHA		4,0	2,0	24,2	4,4	1,8
SORTIDA		3,5	2,0	29,5	3,6	1,4
VERDE CLARA	90	5,0	4,0	14,4	2,0	3,4
VERMELHA		5,0	5,0	20,2	2,4	2,4
SORTIDA		3,5	3,0	24,7	3,2	1,4

**Tabela XXXIII** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 130°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	4,0	3,0	17,2	0,8	6,2
VERMELHA		3,8	2,5	18,0	1,2	6,4
SORTIDA		4,3	3,0	27,0	0,8	7,6
VERDE CLARA	30	4,5	3,0	29,2	1,6	10,4
VERMELHA		3,8	1,5	25,3	0,8	7,2
SORTIDA		5,5	3,0	24,0	1,2	6,4
VERDE CLARA	45	4,0	3,0	17,5	2,0	6,0
VERMELHA		4,3	3,0	20,5	1,2	6,2
SORTIDA		3,5	2,0	28,4	1,2	6,8
VERDE CLARA	60	4,3	3,5	16,6	1,2	5,6
VERMELHA		4,0	3,0	21,9	1,6	6,2
SORTIDA		3,0	2,0	29,5	1,6	5,4
VERDE CLARA	75	5,0	4,0	25,0	1,6	6,4
VERMELHA		3,5	2,0	28,4	2,0	5,0
SORTIDA		4,0	3,0	33,7	1,6	5,8
VERDE CLARA	90	5,0	2,0	23,0	0,8	6,2
VERMELHA		4,5	4,0	32,6	1,2	6,0
SORTIDA		3,0	2,0	27,5	0,8	4,8

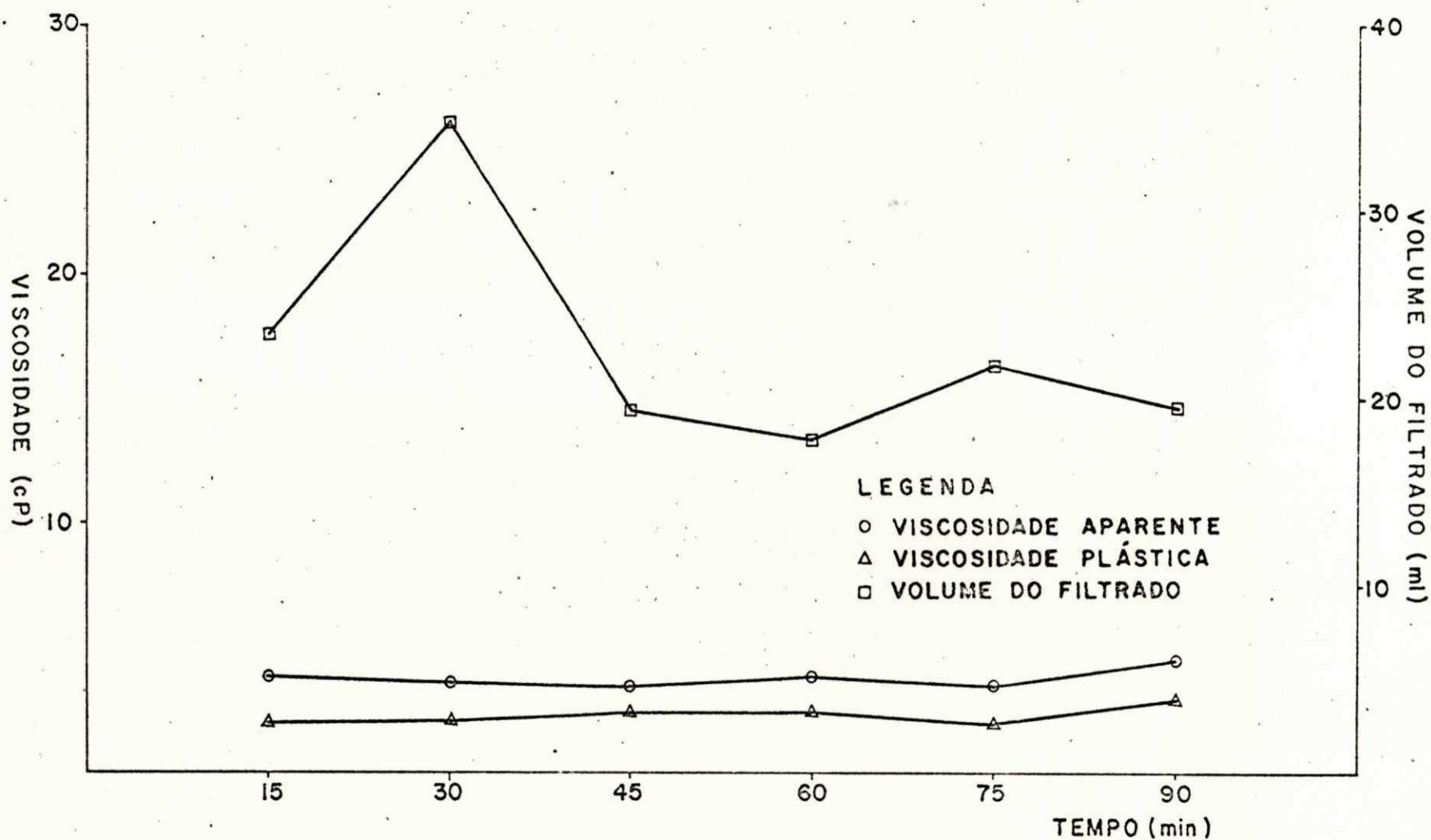


Figura 73 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sem Diálise

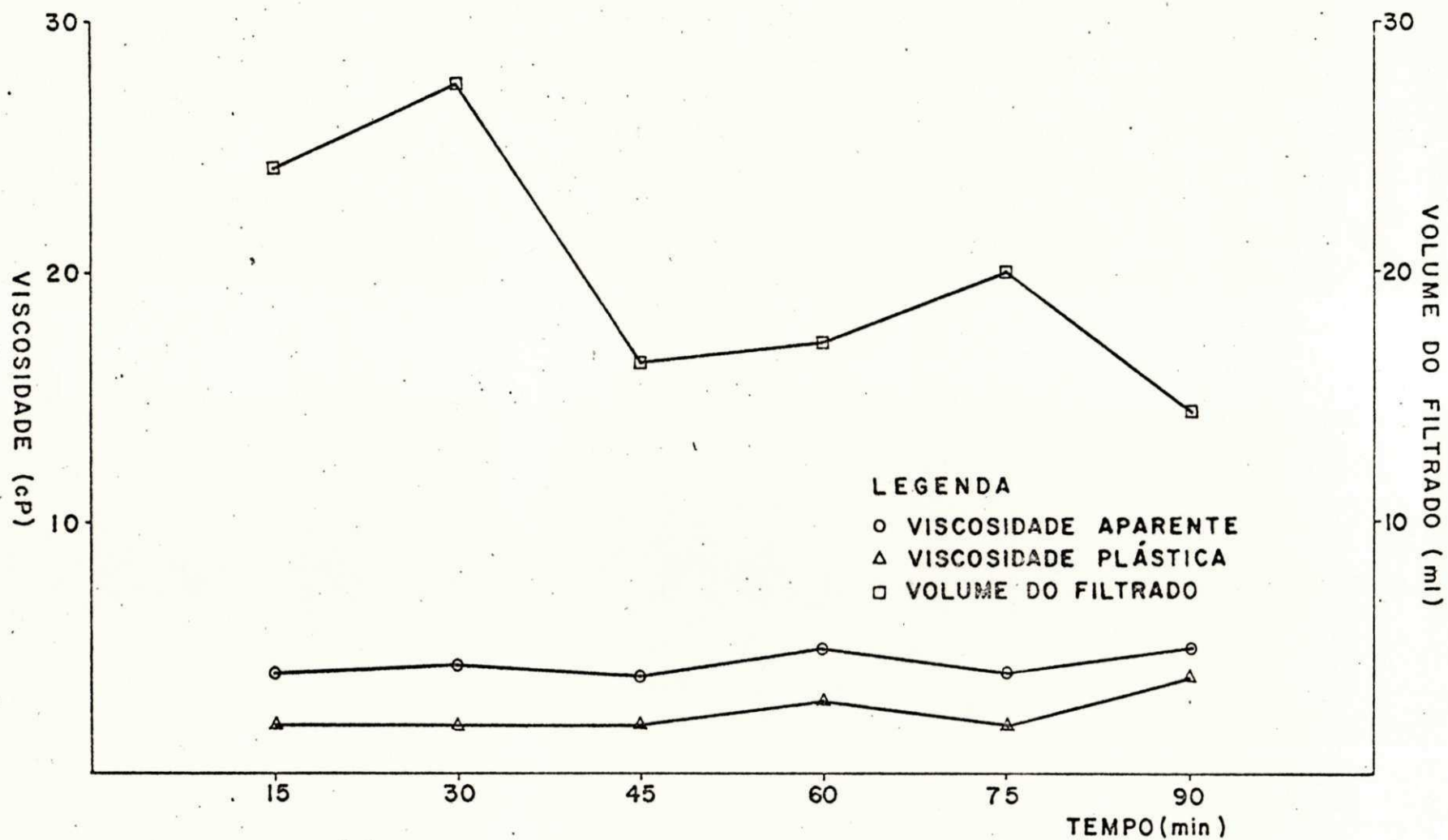


Figura 74 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, após Diálise

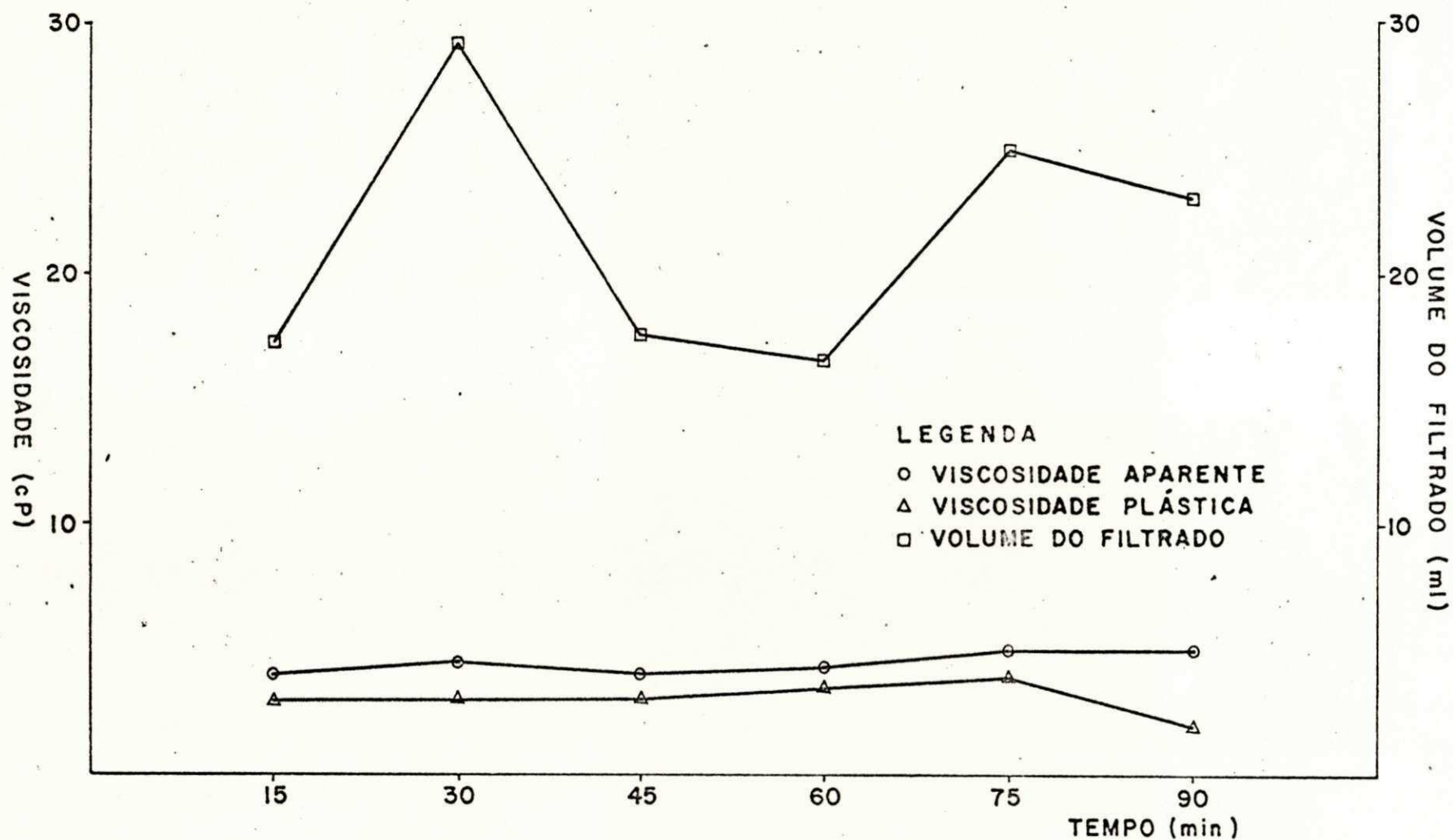


Figura 75 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde-Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>

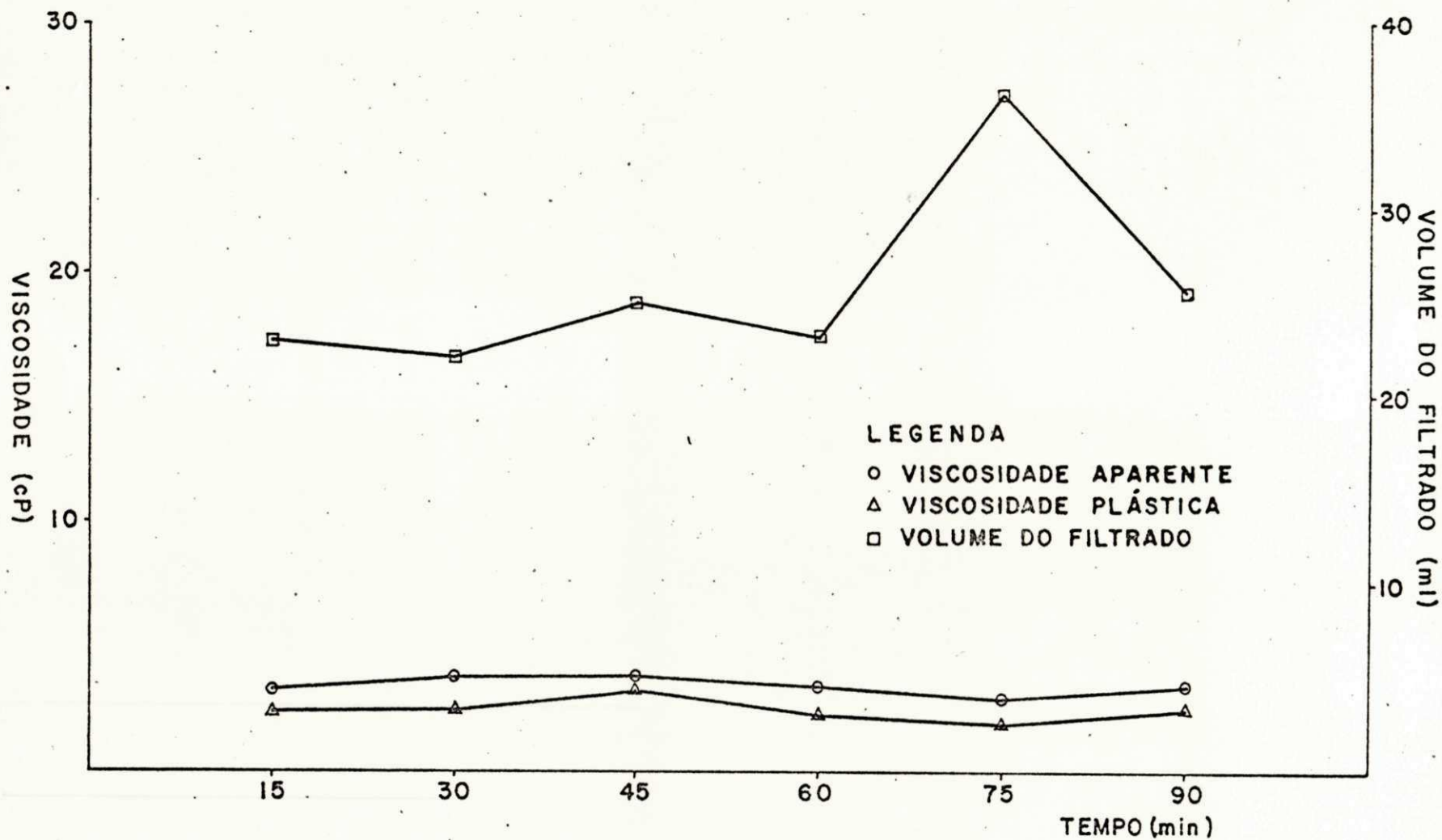


Figura 76 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sem Diálise

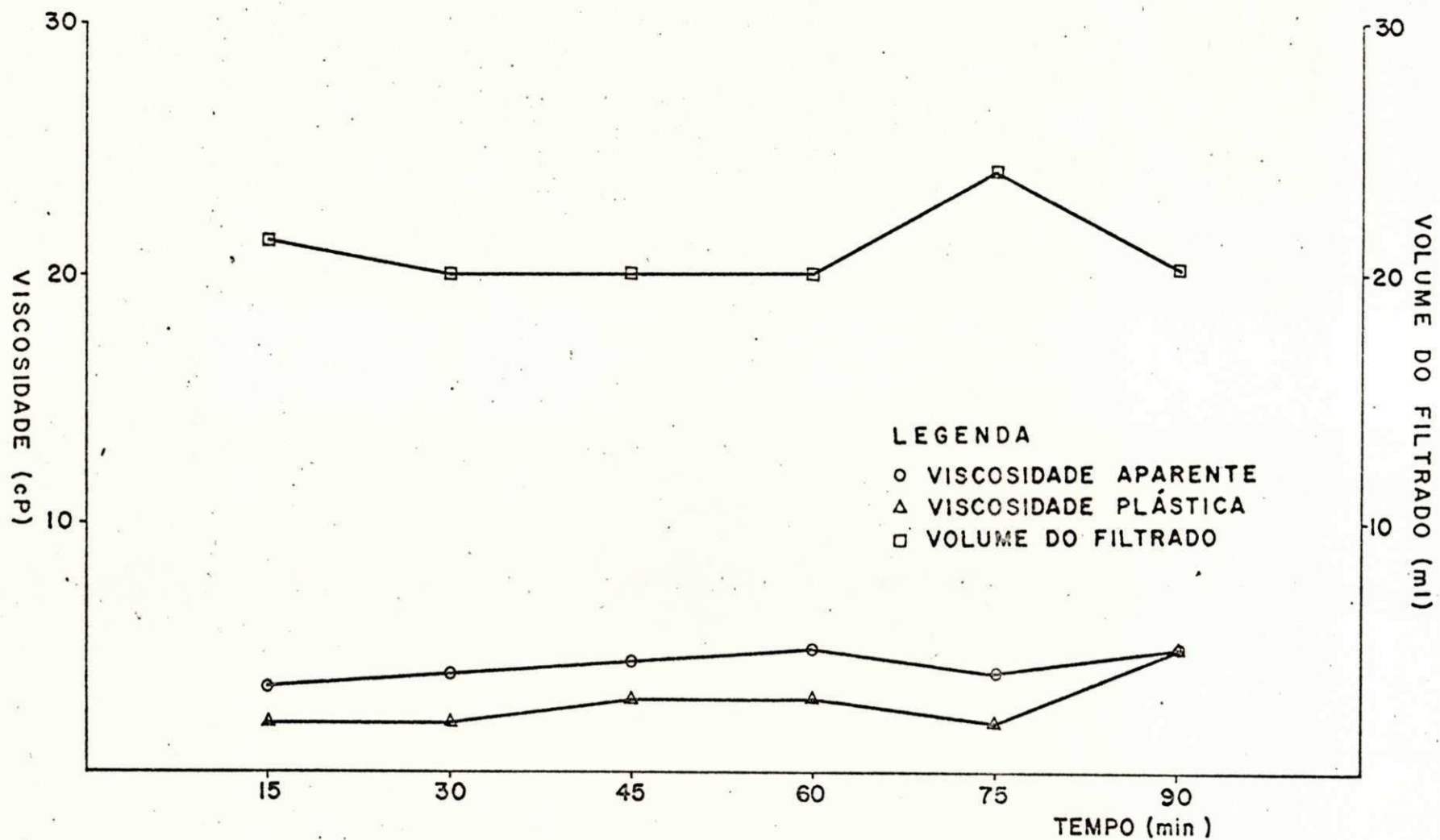


Figura 77 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°, Curada em Autoclave com 100% de U.R. e Temperatura de 130°C, após Diálise



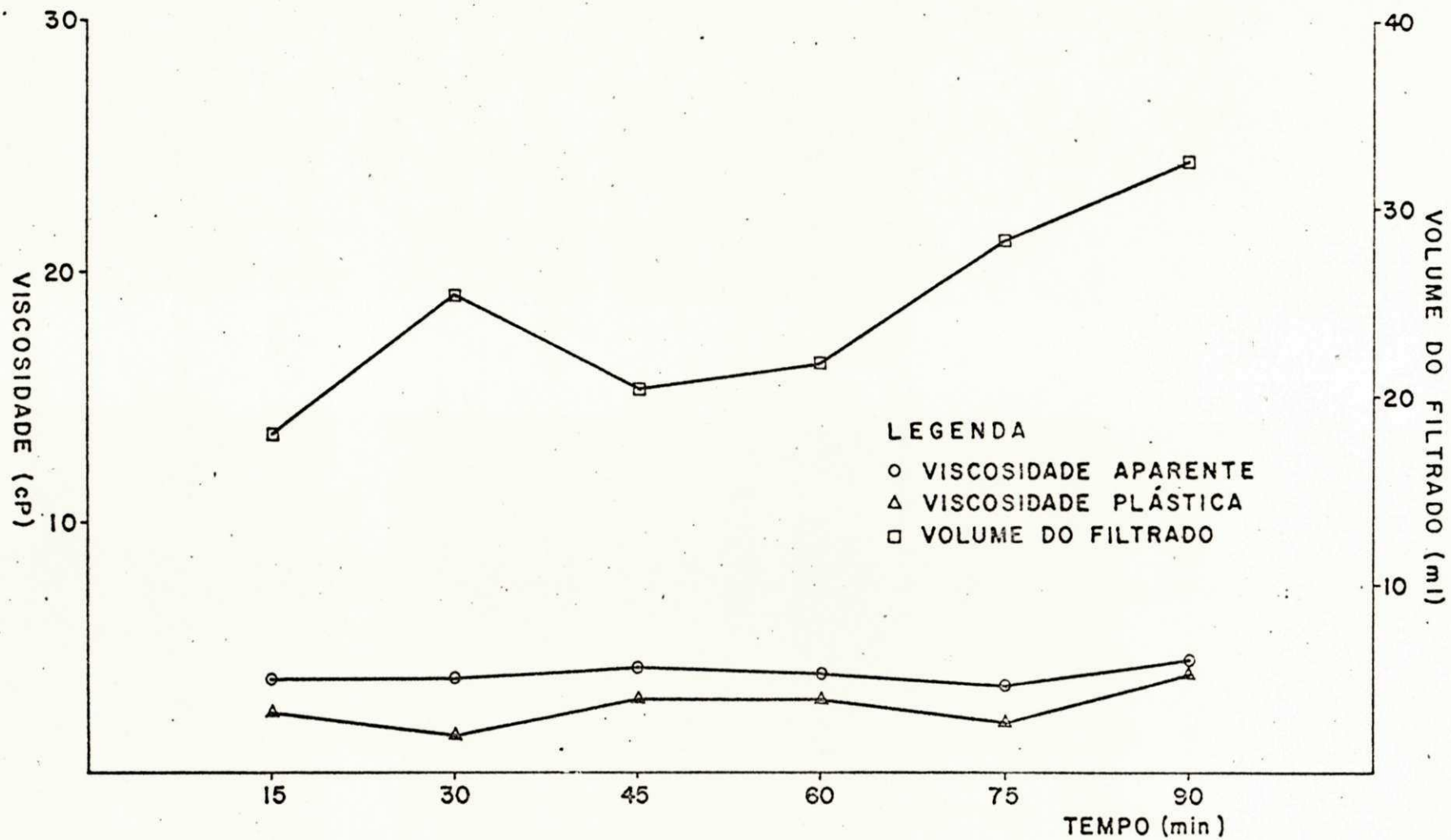


Figura 78 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>

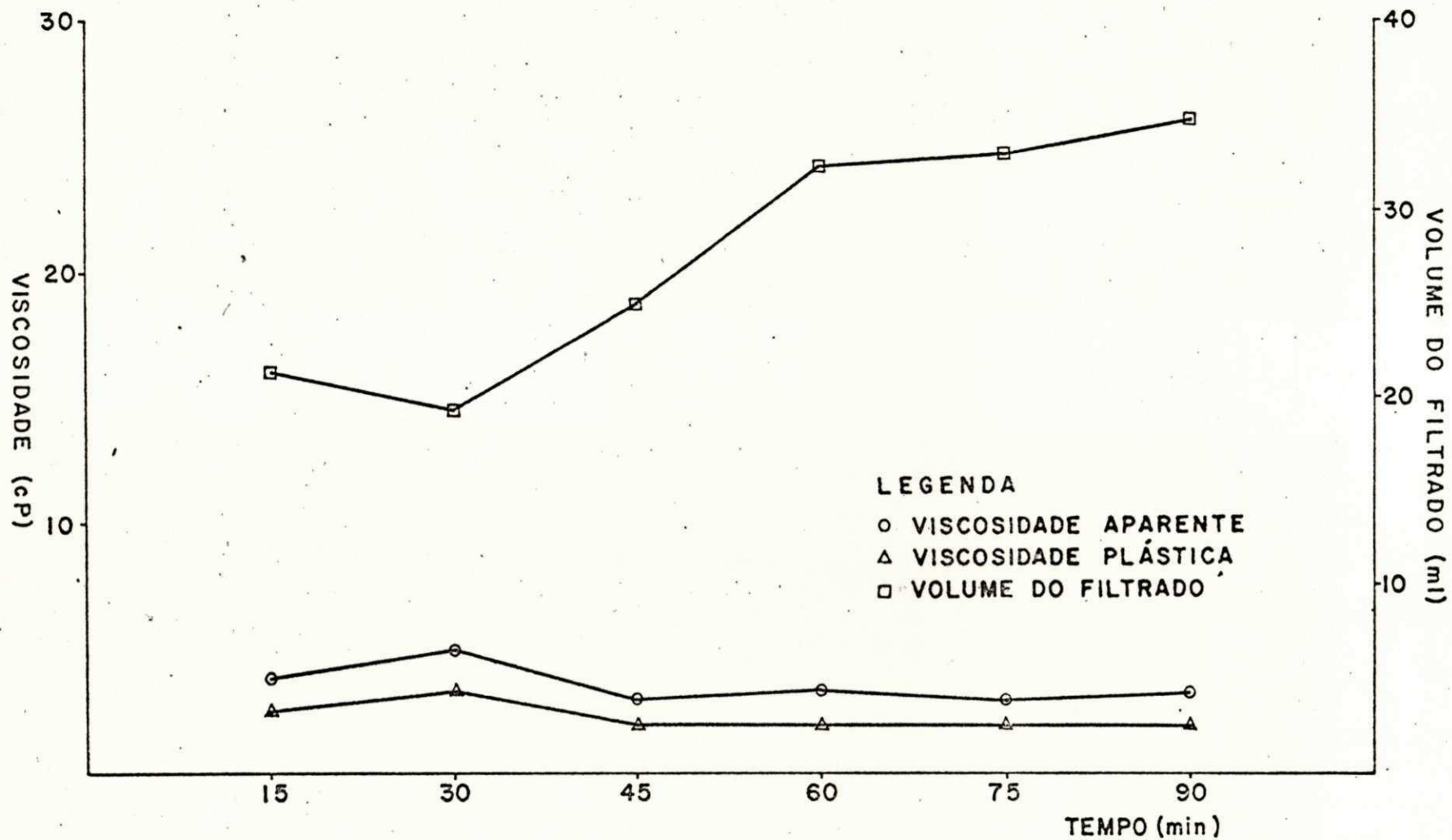


Figura 79 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, sem Diálise

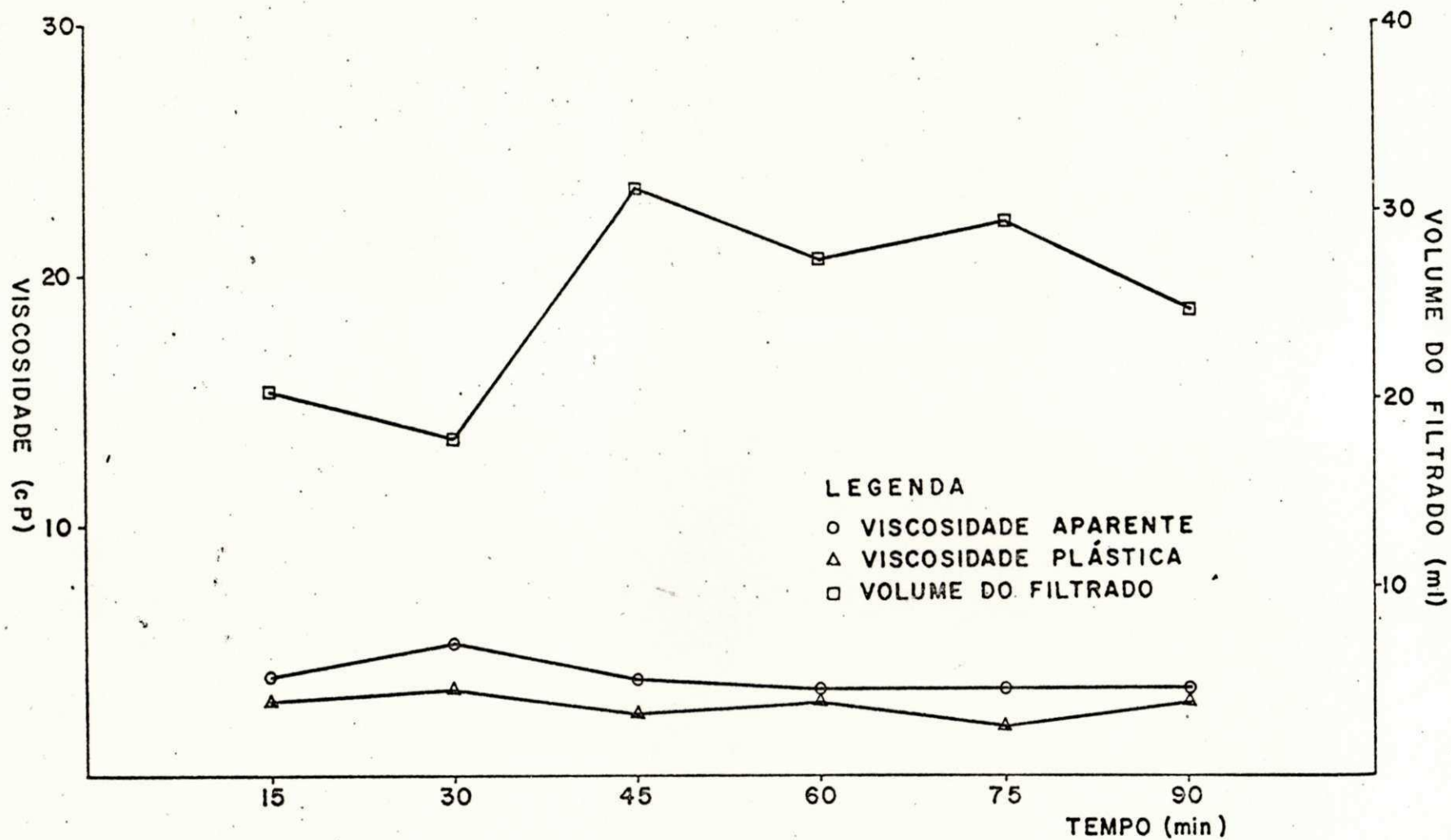


Figura 80 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 130°C, após Diálise

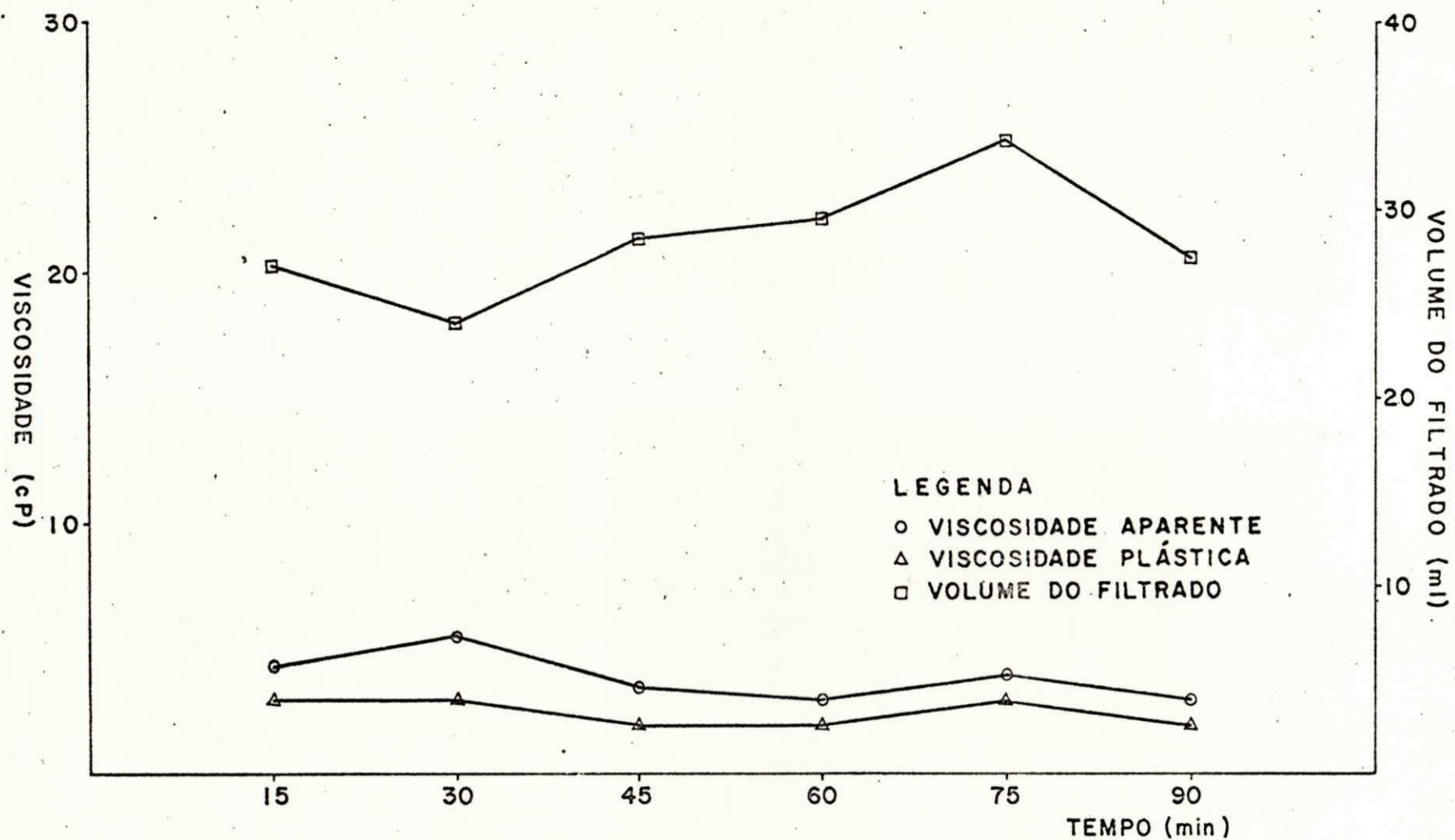


Figura 81 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e temperatura de 130°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>

**Tabela XXXIV** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C, Sem Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	3,3	2,0	21,6	7,6	4,2
VERMELHA		3,3	2,0	30,0	10,0	4,6
SORTIDA		3,3	2,0	29,2	8,4	4,4
VERDE CLARA	30	3,0	2,5	36,2	8,8	4,0
VERMELHA		2,5	2,0	30,2	10,8	3,6
SORTIDA		2,5	1,5	35,0	10,8	2,4
VERDE CLARA	45	2,5	2,0	37,8	9,2	2,0
VERMELHA		2,3	2,0	33,8	10,0	3,6
SORTIDA		2,8	2,0	35,7	8,4	3,8
VERDE CLARA	60	3,3	2,5	38,0	9,6	2,0
VERMELHA		2,5	2,0	35,4	9,2	3,6
SORTIDA		2,8	2,0	36,6	10,0	2,2
VERDE CLARA	75	2,5	2,0	28,0	7,2	2,8
VERMELHA		2,5	2,0	34,7	9,2	3,2
SORTIDA		2,5	2,0	37,0	10,0	2,0
VERDE CLARA	90	2,5	2,0	29,8	7,2	3,8
VERMELHA		2,5	2,0	36,0	9,2	3,2
SORTIDA		2,8	2,0	40,0	10,4	2,0

Tabela XXXV - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetidas a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C, Após Diálise

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	3,8	2,0	17,2	2,8	1,8
VERMELHA		4,5	3,0	22,0	1,6	2,4
SORTIDA		4,0	2,0	21,6	2,4	2,6
VERDE CLARA	30	3,3	2,5	24,2	3,6	2,2
VERMELHA		4,5	5,0	28,0	4,0	1,2
SORTIDA		3,5	3,5	35,9	4,4	1,6
VERDE CLARA	45	2,8	2,5	33,0	4,0	2,0
VERMELHA		4,0	4,0	30,3	2,8	1,4
SORTIDA		4,5	5,0	22,0	4,4	1,8
VERDE CLARA	60	3,5	3,5	32,6	3,6	0,8
VERMELHA		3,5	3,0	32,0	3,2	0,8
SORTIDA		3,5	2,0	34,0	2,8	1,4
VERDE CLARA	75	3,0	2,0	23,0	2,4	2,6
VERMELHA		2,5	3,0	29,8	2,0	1,9
SORTIDA		3,0	3,0	37,0	2,8	2,0
VERDE CLARA	90	3,0	2,0	24,0	2,8	2,4
VERMELHA		3,0	3,0	30,0	2,4	1,6
SORTIDA		3,0	3,0	38,0	2,8	2,2

**Tabela XXXVI** - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado e Teores de Carbonato e Bicarbonato das Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba, Tratadas com Carbonato de Sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila, submetida a secagem com ventilação a 40°C e, posteriormente Curadas em Autoclave com 100% UR. na Temperatura de 150°C, Após Diálise com uso de CO<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPO (min)	VISCOSIDADE (cP)		VOLUME DO FILTRADO (ml)	CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (meq/l)	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (meq/l)
		APARENTE	PLÁSTICA			
VERDE CLARA	15	3,8	2,5	17,2	1,6	4,6
VERMELHA		3,0	2,0	31,2	2,0	4,0
SORTIDA		3,5	2,0	22,8	1,2	5,0
VERDE CLARA	30	2,5	2,0	25,2	1,2	5,2
VERMELHA		3,5	3,5	33,1	1,2	5,0
SORTIDA		2,8	2,0	29,0	1,2	4,4
VERDE CLARA	45	3,0	2,0	31,0	1,6	5,6
VERMELHA		2,8	2,0	30,3	1,6	5,4
SORTIDA		2,5	2,0	32,0	1,2	5,4
VERDE CLARA	60	3,0	3,0	30,5	0,8	4,2
VERMELHA		3,0	3,0	34,6	0,8	4,2
SORTIDA		3,0	2,0	35,0	1,2	4,8
VERDE CLARA	75	2,5	2,0	30,0	0,8	4,2
VERMELHA		3,0	3,0	35,0	0,8	5,2
SORTIDA		2,5	2,0	37,1	1,2	4,6
VERDE CLARA	90	2,5	2,0	31,0	0,8	4,4
VERMELHA		3,0	3,0	36,4	1,2	5,2
SORTIDA		3,0	2,0	40,0	1,2	4,8

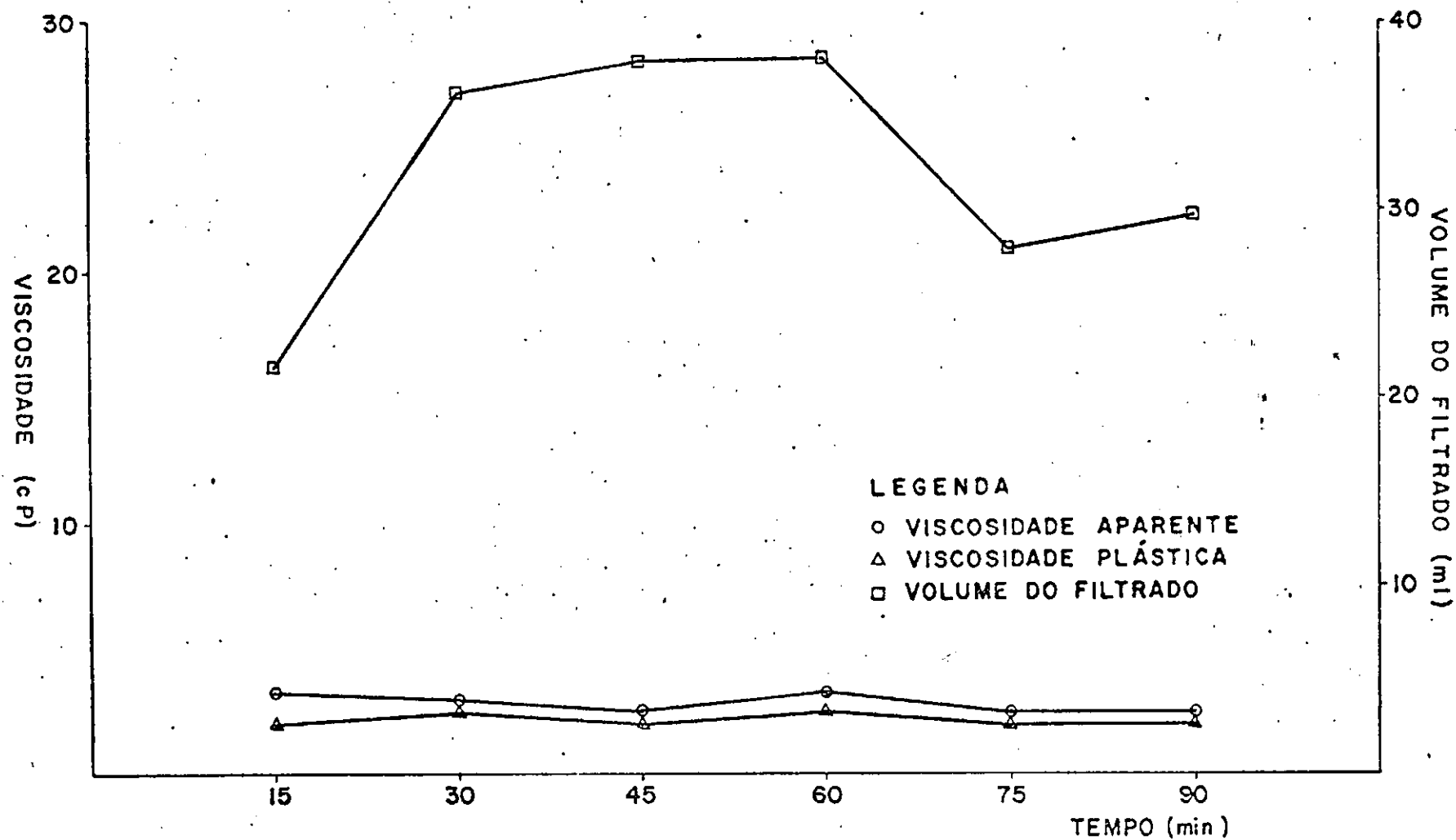


Figura 82 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sem Diálise



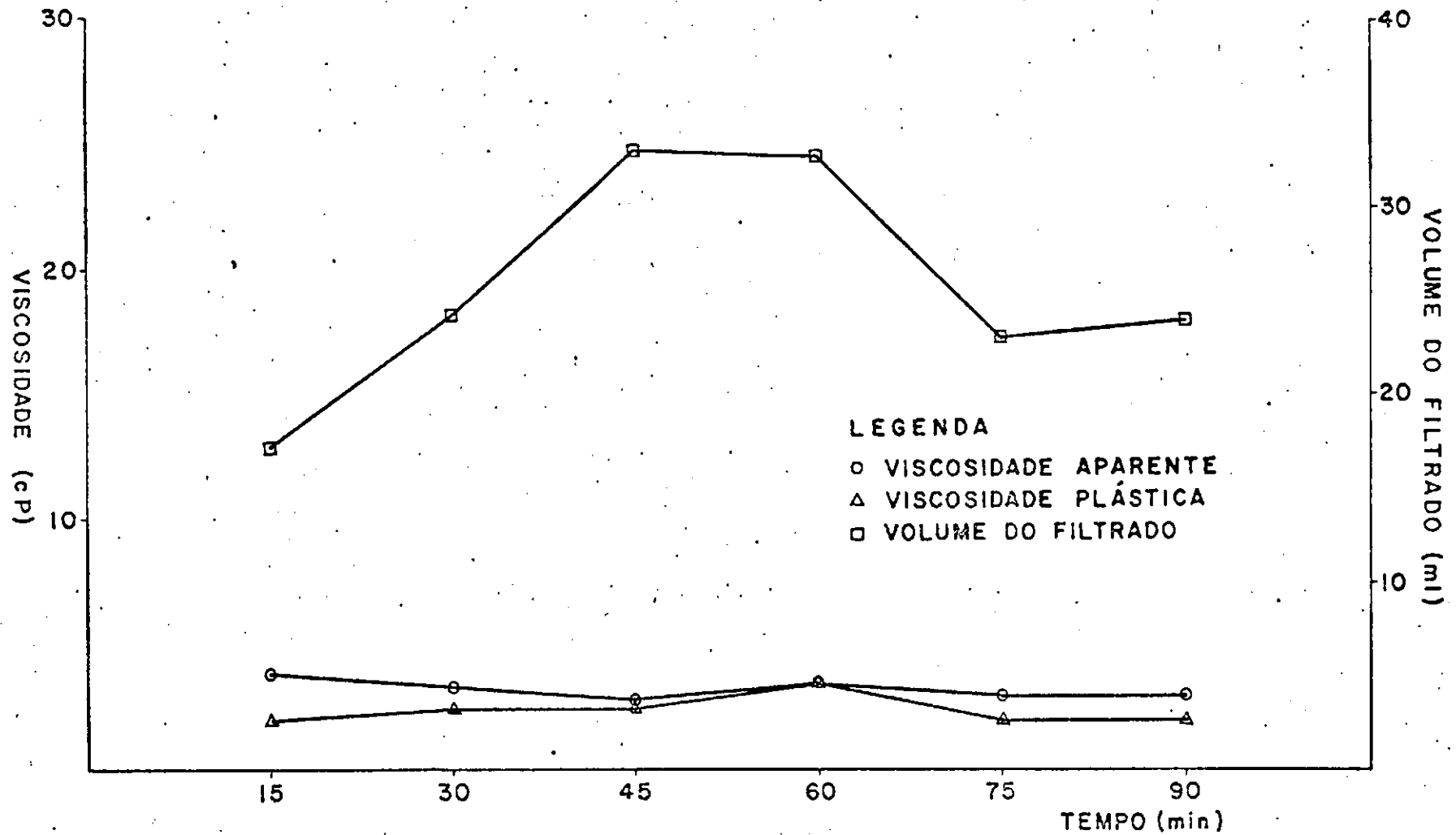


Figura 83 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Verde Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R.e Temperatura de 150°C, após Diálise

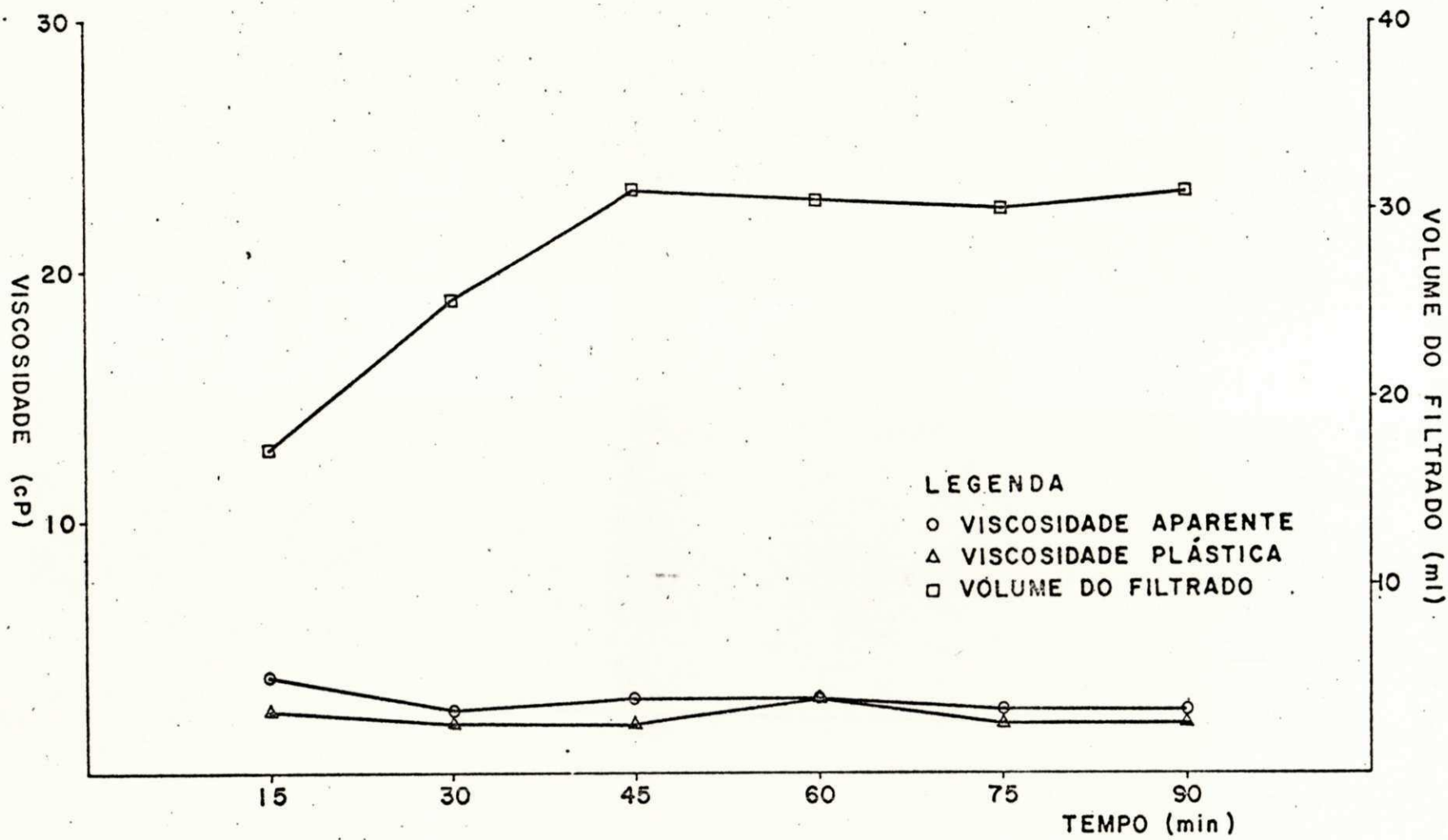


Figura 84 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Verde Clara de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>.

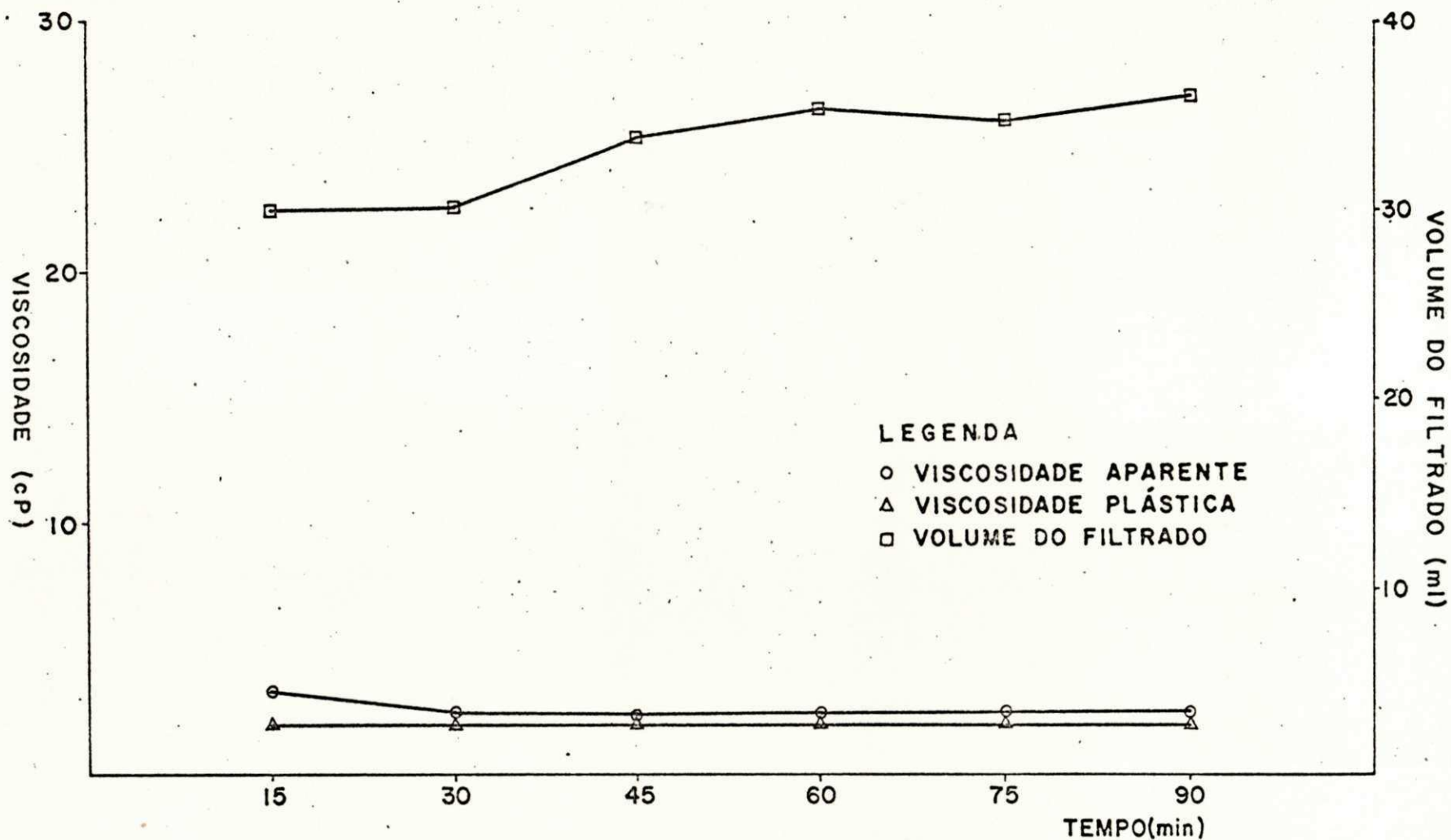


Figura 85 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sem Diálise

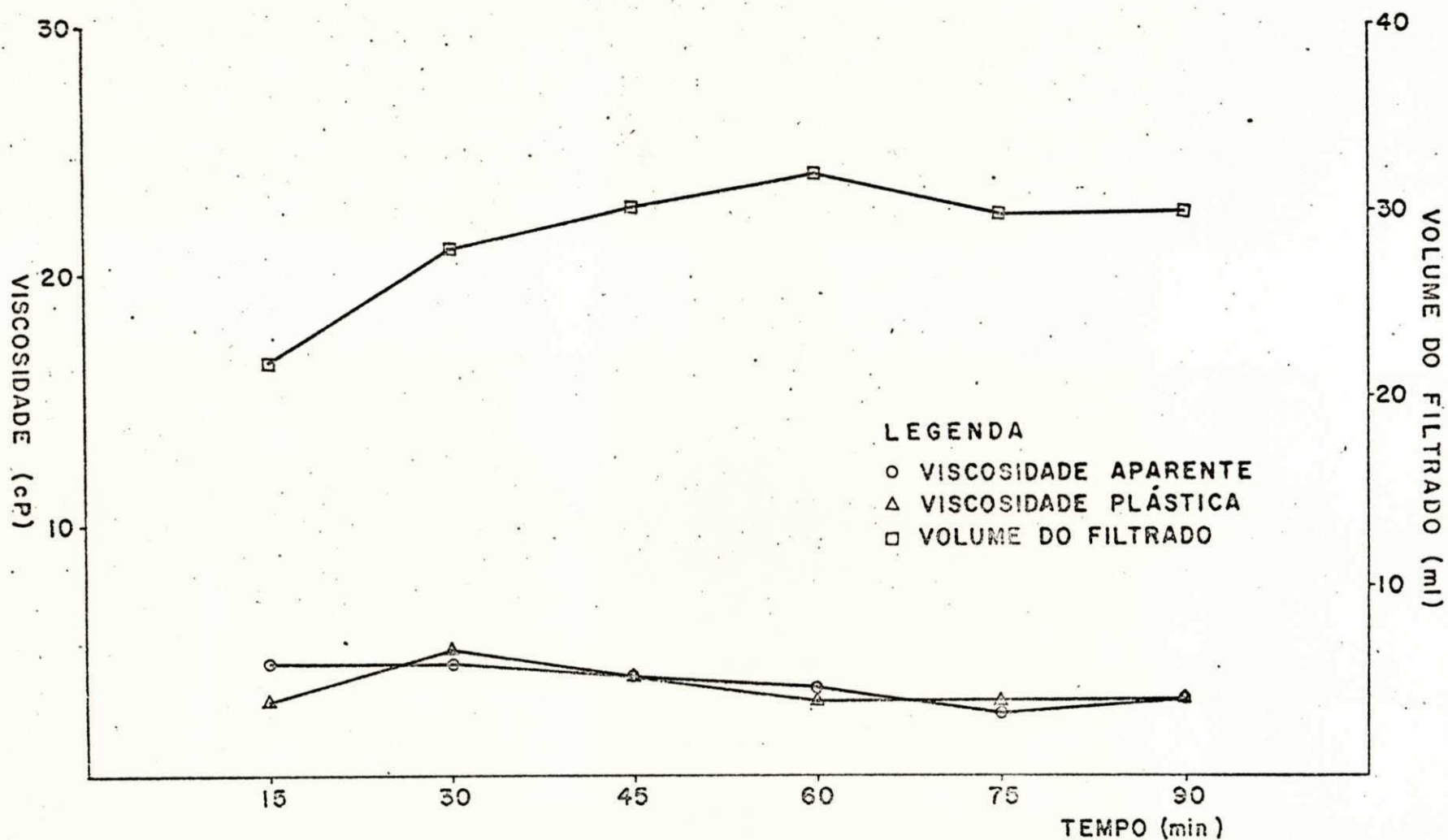


Figura 86 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, após Diálise

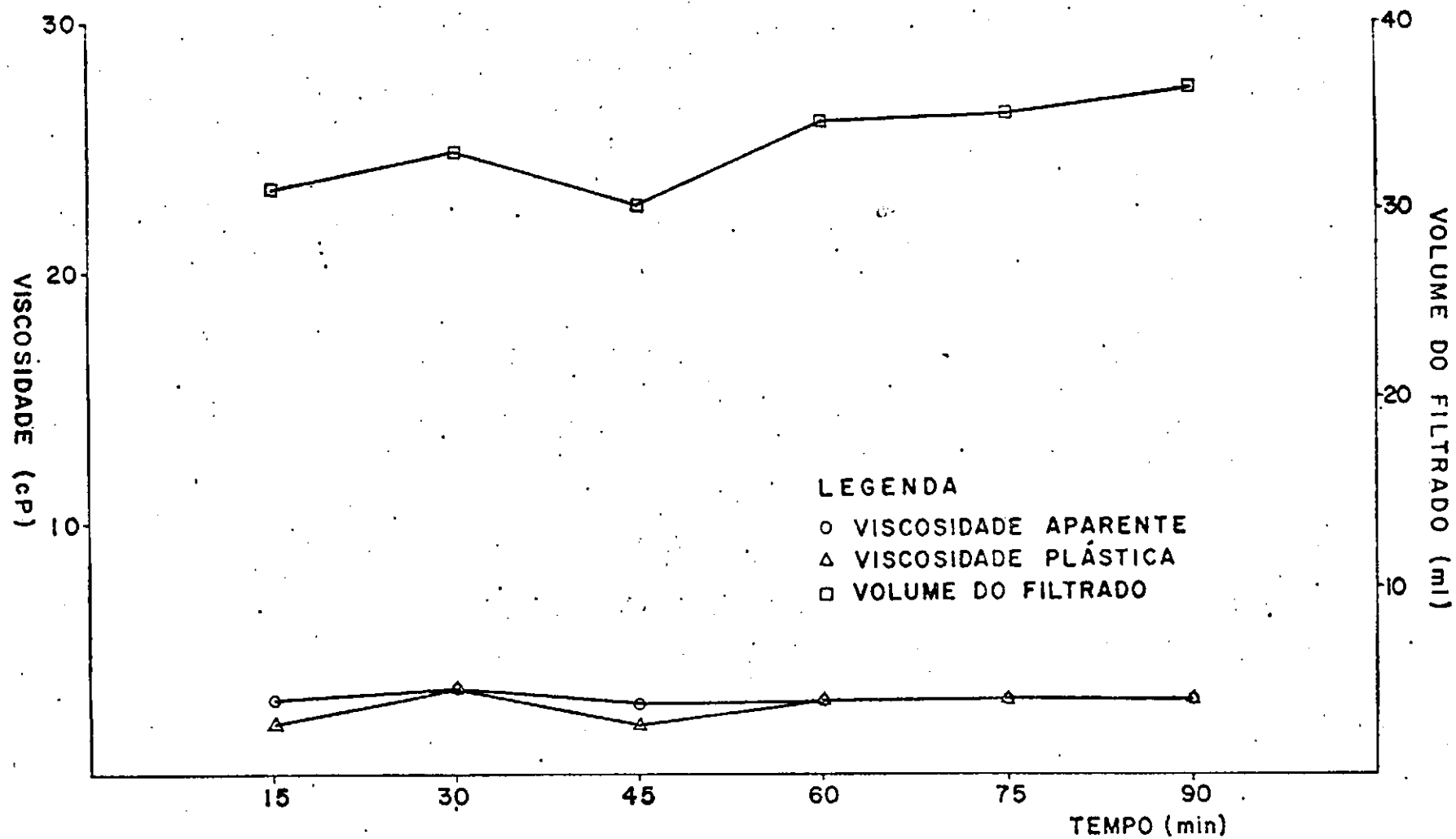


Figura 87 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de cor Vermelha de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>

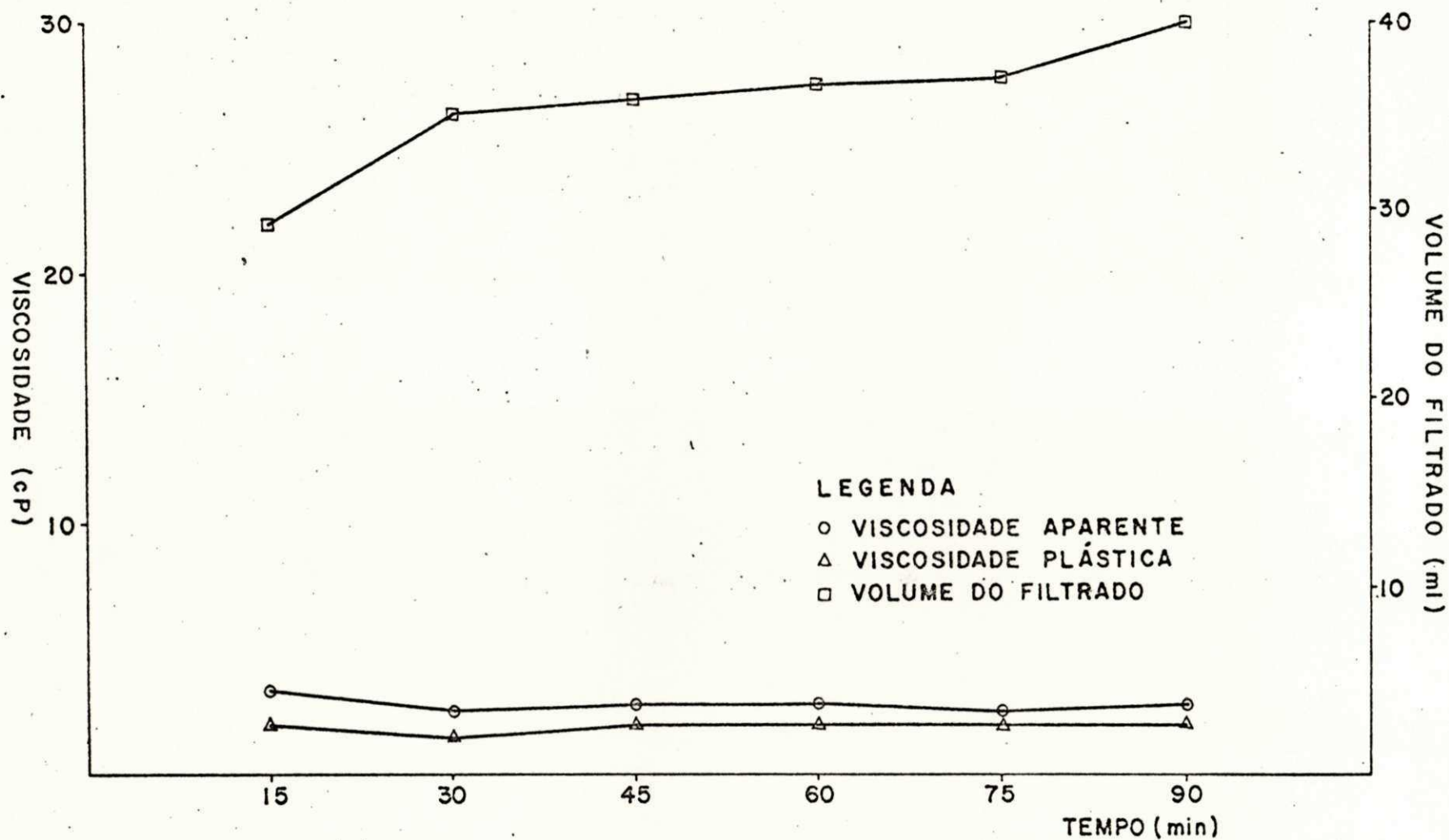


Figura 88 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, sem Diálise

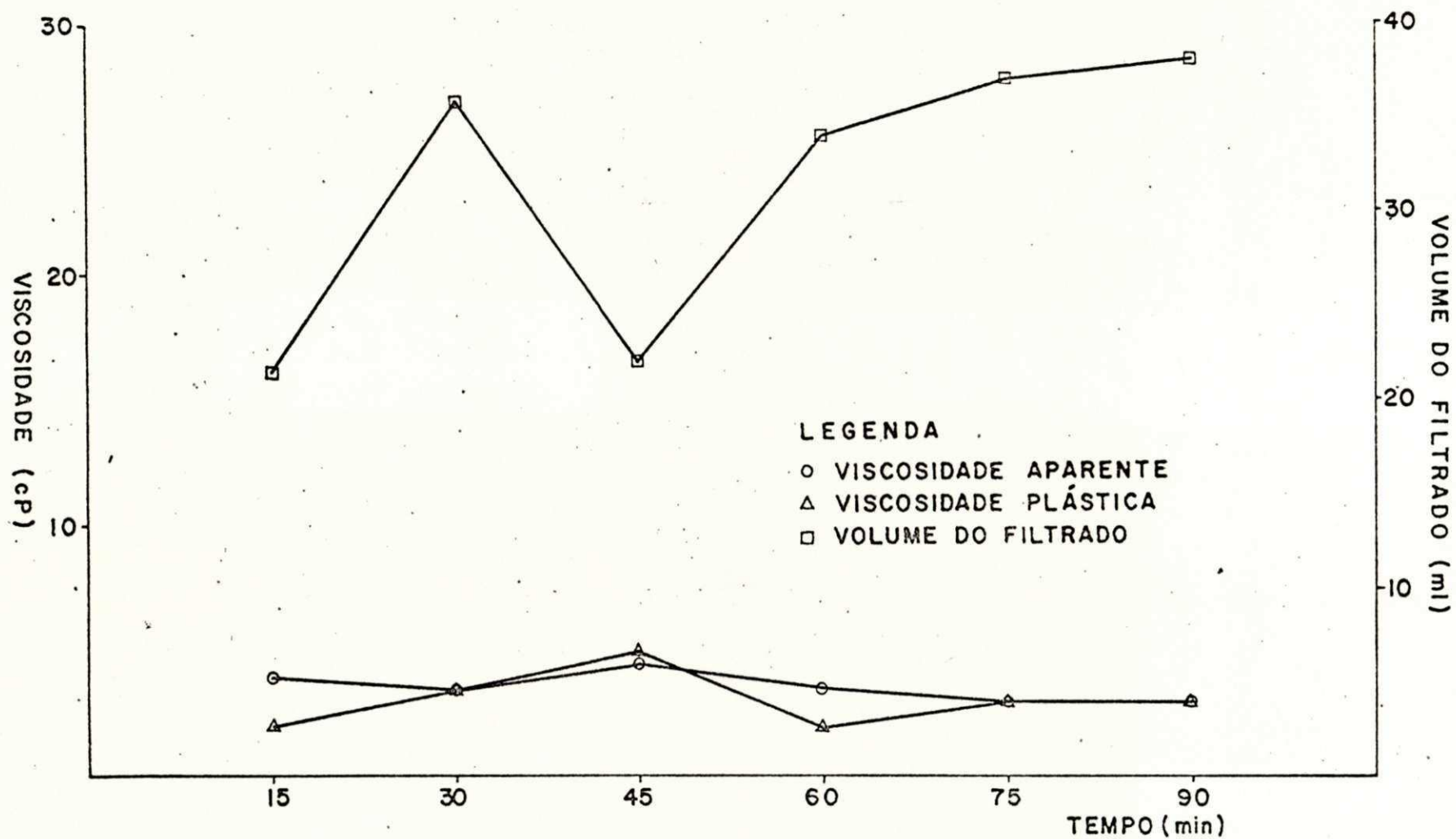


Figura 89 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, após Diálise

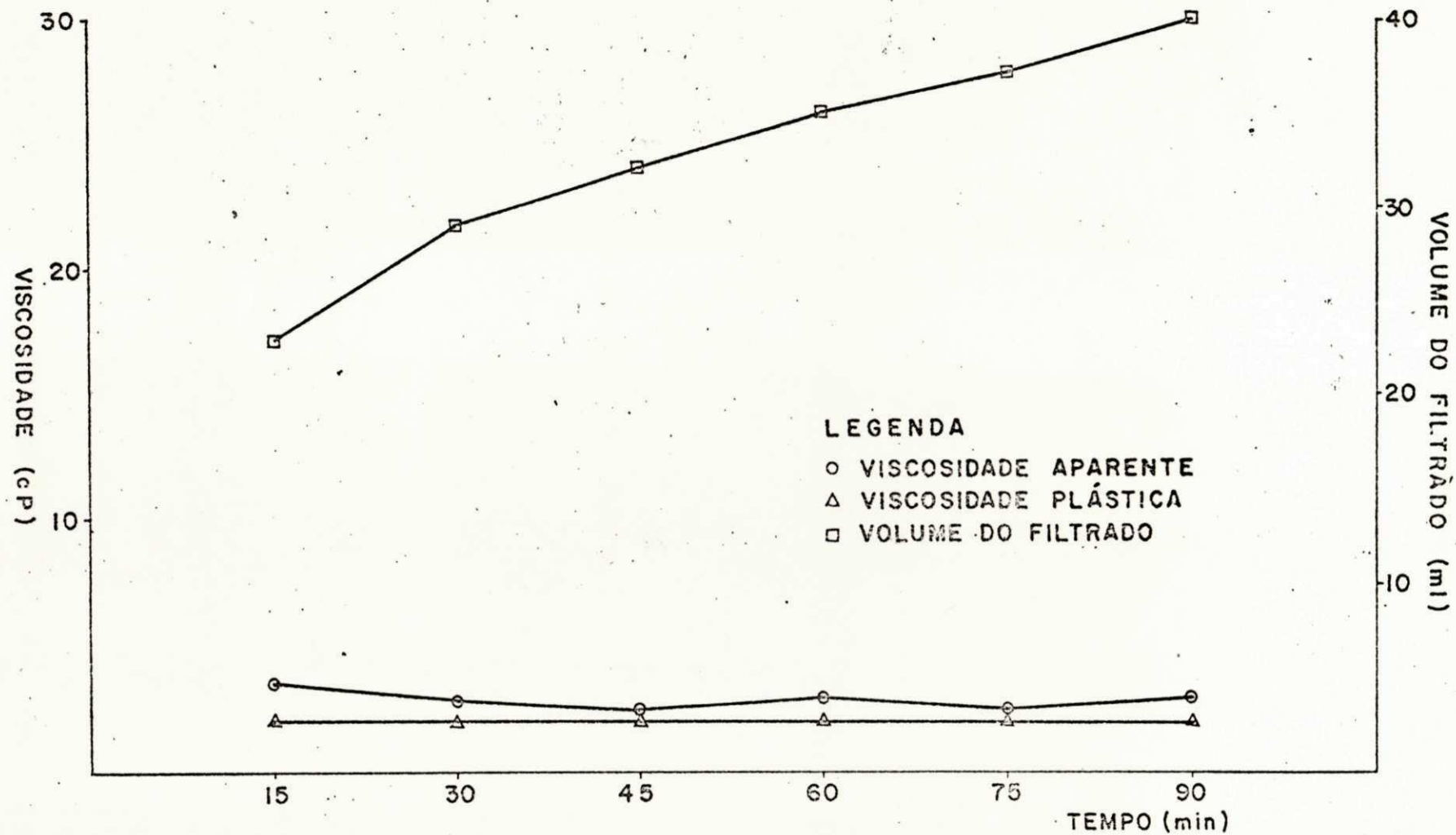


Figura 90 - Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas do tipo Sortida de Boa Vista-Pb, submetida à secagem com ventilação a 40°C, Curada em Autoclave com 100% U.R. e Temperatura de 150°C, após Diálise com CO<sub>2</sub>



propriedades reológicas para as temperaturas de 110°C 130°C e 150°C fora das especificações da Petrobrás (1968) enquanto no processo II as amostras apresentam grande maioria dos resultados dentro das especificações da Petrobrás (1968). A diálise apresenta sensível melhoria nas propriedades reológicas (processo II) enquanto no processo V não houve melhoria dessas propriedades. Com o uso de CO<sub>2</sub>, o processo II apresenta grande maioria dos resultados dentro das especificações da Petrobrás (1968) mas o mesmo não ocorre com o processo V.

Comparando o processo V com o III, observa-se que as argilas esmectíticas sem o uso de CO<sub>2</sub> na temperatura de 110°C apresentam comportamento semelhante entre si, mostrando em ambos os processos, baixos valores de viscosidade aparente e plástica e elevado volume do filtrado, estando floculados (com sedimentação) não satisfazendo às especificações da Petrobrás (1968). O mesmo comportamento é observado para os dois processos, quanto ao uso de CO<sub>2</sub>. Observa-se comportamento semelhante para ambos os processos quanto aos teores de carbonato e bicarbonato.

Com o aumento da temperatura para 130°C, observa-se que o processo III apresenta melhores resultados nas argilas sem diálise, quando comparado com o V. O mesmo comportamento é observado para as argilas após efeito da diálise com o uso de CO<sub>2</sub>; observa-se que o processo III tende a se aproximar dos valores mínimos especificados pela Petrobrás (1968) enquanto o processo V continua diminuindo os resultados das viscosidades aparente e plástica. Quanto aos teores de car

bonato e bicarbonato, observa-se que com o uso de  $\text{CO}_2$  para ambos os processos, há diminuição nos teores de carbonato e, aumento nos teores de bicarbonato.

Com o aumento da temperatura para  $150^\circ\text{C}$ , observa-se em ambos os processos, comportamento semelhante para as amostras sem  $\text{CO}_2$ , apresentando baixos valores de viscosidade aparente e plástica e elevados valores do volume do filtrado, estando, portanto, floculados (com sedimentação) e fora das especificações da Petrobrás (1968). O mesmo comportamento é observado para as amostras em ambos os processos após o uso de  $\text{CO}_2$ .

Comparando o processo V com o IV, observa-se que as argilas esmectíticas sem o uso de  $\text{CO}_2$  apresentam para o processo IV, todos os resultados das propriedades reológicas dentro das especificações da Petrobrás (1968) não acontecendo o mesmo para o processo V. Após o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se que o processo V apresenta todos os resultados das propriedades reológicas fora das especificações da Petrobrás (1968) enquanto para o processo IV, há alguns resultados dentro das especificações da Petrobrás (1968). Quanto aos teores de carbonato e bicarbonato, observa-se que as amostras sem  $\text{CO}_2$ , apresentam altos teores de carbonato e bicarbonato, enquanto com o uso de  $\text{CO}_2$ , há diminuição nos teores de carbonato e aumento nos de bicarbonatos para ambos os processos.

Comparando no processo V as propriedades reológicas sem o uso de  $\text{CO}_2$  e, após o uso de  $\text{CO}_2$ , observa-se que os resultados das propriedades reológicas para as três amostras em estudo, nas temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$  sem  $\text{CO}_2$  estão todas fora das especificações da Petrobrás (1968).

O mesmo comportamento observa-se para as amostras com o uso de  $\text{CO}_2$ .

Em resumo, observa-se que:

1 - O tratamento das argilas esmectíticas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila, submetida à secagem com ventilação a  $40^\circ\text{C}$ , e posterior autoclavagem nas temperaturas de  $110^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$  não apre<sup>sentam</sup> resultados favoráveis em relação aos especificados pe<sup>la</sup> Petrobrás (1968).

2 - A diálise não favorece às propriedades reológicas das argilas esmectíticas nesta condição estudada.

3 - O uso de  $\text{CO}_2$ , foi um dos fatores que não interfe<sup>riu</sup> nas propriedades reológicas nesta condição estudada.

4 - Acredita-se que a secagem com ventilação a  $40^\circ\text{C}$  acelera a velocidade de reação, sendo provavelmente ultrapassado o ponto ótimo que conduziria a resultados adequados.

Uma análise global dos estudos apresentados dentro dos processos III, IV e V evidenciam que as argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, apre<sup>sentam</sup> resultados adequados para sua utilização como agente tixotrópico em fluidos para a perfuração de poços de petr<sup>o</sup>leo, especialmente no processo IV, onde as amostras são cura<sup>das</sup> em autoclave e, posteriormente tratadas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100 g de argila.

Considerações Gerais:

Dentre os cinco processos estudados neste trabalho, o II e o IV mostram-se mais adequados para as argilas esmectí

ticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida, nas amostras sem diálise e temperatura de  $110^{\circ}\text{C}$  verificando-se o mesmo para o processo após diálise nas temperaturas de  $110^{\circ}\text{C}$ ,  $130^{\circ}\text{C}$  e  $150^{\circ}\text{C}$ .

O tratamento de cura, seguido de diálise, recomenda-se para as três argilas esmectíticas em estudo, pois, segundo resultados apresentados é bastante promissor.

O uso de  $\text{CO}_2$  não é aconselhável para as argilas esmectíticas em estudo, em virtude de, segundo resultados apresentados, prejudicar bastante as propriedades reológicas.

O tratamento em ambiente úmido favorece as propriedades reológicas das argilas esmectíticas tratadas na proporção adequada.

A ação do  $\text{CO}_2$  resultou num aumento de bicarbonato de cálcio, e conseqüentemente por um efeito de floculação, as argilas esmectíticas, apresentaram resultados das propriedades reológicas inadequadas ao uso como agente tixotrópico para fluido de perfuração de poços de petróleo.

#### 4.2.6 - Análise Estatística

Os resultados da análise estatística por regressão li  
near simples e múltipla (com duas ou três variáveis) entre  
os teores de carbonato, bicarbonato e carbonato mais bicarbonato  
com as propriedades reológicas das argilas quando submetidas  
a todos os processos de tratamento estudados. neste  
trabalho, estão apresentados nas Tabelas de XXXVII a LVII ,  
onde estão indicados a amostra, a condição de cura, a tempe  
ratura, a equação, o grau de liberdade, o coeficiente de correlação  
simples e múltipla e o nível de significância.

Embora essa análise tenha sido feita com todas as con  
dições de cura apresentadas nos ensaios tecnológicos somen  
te o são nessas tabelas, os resultados que mostraram certo  
grau de relacionamento entre os teores de carbonato, bicarbonato  
(variável dependência Y) com as propriedades reológicas  
(viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado) e ( va  
riável independente X). As correlações consideradas signi  
ficativas, são aquelas em que o nível de significância é me  
nor ou igual a 5%, probabilidade máxima preestabelecida para  
a pesquisa. No presente estudo o grau de liberdade é igual a 5.

Do exame da Tabela XXXVII chega-se às seguintes veri  
ficações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 corre  
lações realizadas entre os teores de carbonato com a vis  
cosidade aparente, apenas três são consideradas significa  
tivas; o mesmo aconteceu para as argilas de cor vermelha e  
do tipo sortida.

Do exame da Tabela XXXVIII chega-se as seguintes veri  
ficações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 corre  
la

**Tabela XXXVII** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato com a Viscosidade Aparente de Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,22x_1 - 2,24$	5	0,88	1,98
	COM CO <sub>2</sub>	150	$y = 0,13x_1 - 0,40$	5	0,86	2,66
	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,46x_1 + 11,79$	5	0,81	4,90
VERME LHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,41x_1 - 3,47$	5	0,85	2,85
	SEM DIÁLISE	110	$y = 0,34x_1 + 10,12$	5	0,91	1,24
	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,78x_1 - 8,44$	5	0,86	2,62
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,19x_1 - 1,28$	5	0,91	1,07
	COM CO <sub>2</sub>	150	$y = 1,00x_1 - 1,08$	5	0,84	3,63
	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,24x_1 + 0,46$	5	0,94	0,61

**Tabela XXXVIII** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato com a Viscosidade Plástica de Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	150	$y = -0,97x_1 + 7,22$	5	-0,92	0,91
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	150	$y = -1,25x_1 + 9,04$	5	-0,84	3,56
	SEM DIÁLISE	110	$y = -1,08x_1 + 19,36$	5	-0,80	4,38
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	130	$y = -0,36x_1 + 0,75$	5	-0,90	1,38

ções realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade plástica, apenas uma é considerada significativa; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade plástica, apenas duas são consideradas significativas, e para as argilas do tipo sortida de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade plástica, apenas uma é considerada significativa.

Do exame da Tabela XXXIX chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com o volume do filtrado, apenas duas são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com o volume do filtrado, apenas três são consideradas significativas, e para as argilas do tipo sortida de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com o volume do filtrado, apenas três são significativas.

Do exame da Tabela XL chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade aparente, apenas cinco são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade aparente, apenas sete são consideradas significativas, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade aparente, apenas oito são consideradas significativas.

Do exame da Tabela XLI chega-se às seguintes verificações:

**Tabela XXXIX** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato com o Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	SEM DIÁLISE	130	$y = 0,28x_1 + 3,91$	5	0,90	1,45
		150	$y = 0,14x_1 + 3,96$	5	0,84	3,85
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	110	$y = -0,96x_1 + 20,60$	5	-0,81	5,22
	SEM DIÁLISE	130	$y = 2,36x_1 - 17,24$	5	0,82	4,72
		150	$y = -0,21x_1 + 16,87$	5	-0,86	2,83
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,43x_1 - 5,76$	5	0,81	5,33
		130	$y = 0,29x_1 - 2,96$	5	0,86	2,87
	APÓS DIÁLISE	150	$y = -0,92x_1 + 17,94$	5	-0,97	0,18



**Tabela XL** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Bicarbato com a Viscosidade Aparente de Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,49x_1 + 0,93$	5	0,81	5,24
		110	$y = 0,45x_1 - 2,92$	5	0,85	2,87
		130	$y = 0,29x_1 + 1,42$	5	0,91	1,27
		150	$y = 0,41x_1 - 1,04$	5	0,87	2,55
	SEM DIÁLISE	110	$y = 1,03x_1 + 0,23$	5	0,90	1,33
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 0,60x_1 - 8,68$	5	0,82	4,75
		110	$y = 0,71x_1 - 1,88$	5	0,90	1,34
		130	$y = 0,28x_1 - 0,79$	5	0,92	0,92
	SEM DIÁLISE	110	$y = -0,43x_1 + 22,34$	5	-0,82	4,79
		150	$y = 0,56x_1 - 0,46$	5	0,88	1,99
		150	$y = 1,26x_1 + 0,36$	5	0,86	2,63
	APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,49x_1 - 5,53$	5	0,93	0,74
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,93x_1 - 8,05$	5	0,97	0,28
		130	$y = 1,50x_1 - 3,74$	5	1,00	0,01
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 0,72x_1 - 15,77$	5	0,89	1,77
		110	$y = 0,48x_1 + 0,35$	5	0,86	2,66
		110	$y = 0,36x_1 - 0,11$	5	0,98	0,06
		130	$y = 0,38x_1 - 4,07$	5	0,95	0,32
		150	$y = 0,55x_1 - 11,30$	5	0,98	0,05
	SEM DIÁLISE	130	$y = 1,10x_1 - 0,77$	5	0,81	4,85

**Tabela XLI** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Bicarbonato com a Viscosidade Plástica de Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = -3,03x_1 + 25,19$	5	-0,90	1,35
		110	$y = -1,43x_1 + 17,33$	5	-0,94	0,55
		150	$y = -3,07x_1 + 23,12$	5	-0,92	0,97
	SEM DIÁLISE	130	$y = 2,64x_1 - 1,26$	5	0,80	2,23
	APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,95x_1 + 4,25$	5	-0,86	2,52
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = -2,77x_1 + 21,52$	5	-0,83	3,95
		130	$y = -0,98x_1 + 12,04$	5	-0,80	5,30
		110	$y = -1,65x_1 + 17,87$	5	-0,87	2,51
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -1,46x_1 + 11,12$	5	-0,91	1,08
		110	$y = -0,69x_1 + 8,10$	5	-0,83	4,14
	SEM DIÁLISE	110	$y = 3,61x_1 - 7,12$	5	0,82	4,69
SORTIDA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = -9,38x_1 + 50,89$	5	-0,99	0,02
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -0,73x_1 + 8,11$	5	-0,82	4,47

ções: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade plástica, apenas cinco são consideradas significativas, para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade plástica, apenas seis são consideradas significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade plástica, apenas duas são consideradas significativas.

Do exame da Tabela XLII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com o volume do filtrado, apenas cinco são consideradas significantes, para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com o volume do filtrado, apenas duas são consideradas significativas, e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com o volume do filtrado, apenas três são consideradas significativas.

Do exame da Tabela XLIII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com a viscosidade parente, apenas quatro são consideradas significantes; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com a viscosidade parente, apenas seis são consideradas significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com a viscosidade aparente, apenas oito são conside

**Tabela XLII** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Bicarbonato com o Volume do Filtrado de Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,62x_1 - 8,78$	5	0,84	3,73
		130	$y = 0,28x_1 - 0,65$	5	0,87	2,56
CLARA	APÓS DIÁLISE	130	$y = -0,61x_1 + 23,60$	5	-0,91	1,22
		COM CO <sub>2</sub>	150	$y = 1,99x_1 + 46,01$	5	-0,85
	110		$y = 1,22x_1 - 16,04$	5	0,99	0,03
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	130	$y = 0,22x_1 - 0,13$	5	0,86	2,85
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -1,73x_1 + 39,42$	5	-0,82	4,68
SORTIDA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -2,01x_1 + 46,23$	5	-0,85	3,06
		SEM DIÁLISE	110	$y = -1,54x_1 + 35,20$	5	-0,90
	150		$y = -0,24x_1 + 11,26$	5	-0,82	4,58

**Tabela XLIII** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com a Viscosidade Aparente de Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,40x_1 + 25,25$	5	0,81	4,92
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,71x_1 - 1,32$	5	0,85	3,20
		110	$y = 0,53x_1 - 4,79$	5	0,90	1,51
		150	$y = 0,54x_1 - 1,44$	5	0,90	1,31
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,18x_1 + 4,63$	5	0,84	3,59
		110	$y = 0,86x_1 - 6,56$	5	0,87	2,57
		130	$y = -2,44x_1 + 16,29$	5	-0,83	3,91
	SEM DIÁLISE	110	$y = -1,99x_1 + 45,04$	5	-0,80	5,69
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 1,11x_1 - 5,35$	5	0,92	0,82
		150	$y = 0,51x_1 - 5,07$	5	0,90	1,41
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 1,62x_1 - 8,25$	5	0,93	0,74
		110	$y = 0,35x_1 + 2,09$	5	0,95	0,44
		130	$y = 1,48x_1 - 0,59$	5	0,93	0,80
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 0,59x_1 - 8,84$	5	0,89	1,87
		110	$y = 0,67x_1 - 0,94$	5	0,91	1,30
		130	$y = -0,47x_1 + 13,34$	5	-0,92	0,84
		130	$y = 0,41x_1 - 3,19$	5	0,93	0,70
		150	$y = 0,65x_1 - 12,37$	5	0,98	0,05

radas significativas.

Do exame da Tabela XLIV chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade plástica, apenas três são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade plástica, apenas três são consideradas significativas e , para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com a viscosidade plástica, apenas quatro são consideradas significativas.

Do exame da Tabela XLV chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com o volume do filtrado, apenas três são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com o volume do filtrado, apenas quatro são consideradas significativas e, para argilas do tipo sortida de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com o volume do filtrado, apenas três são consideradas significativas.

Em resumo, podem ser feitas as seguintes observações quanto ao estudo da análise estatística por regressão linear simples.

1 - Para as argilas de cor verde-clara das 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidades aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 6 são

**Tabela XLIV** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com a Viscosidade Plástica de Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $Y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = -3,26x_1 + 26,86$	5	-0,84	3,81
	COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -1,59x_1 + 18,56$	5	-0,92	0,81
		150	$y = -4,04x_1 + 30,34$	5	-0,96	0,23
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = -2,00x_1 + 21,20$	5	-0,84	3,74
	COM CO <sub>2</sub>	130	$y = 1,38x_1 + 15,44$	5	-0,93	0,74
		APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,56x_1 + 2,27$	5	0,95
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = -7,73x_1 - 45,98$	5	-0,99	0,01
	COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -1,49x_1 + 16,03$	5	-0,87	2,32
		APÓS DIÁLISE	110	$y = 1,12x_1 + 12,63$	5	-0,80
	150		$y = 0,58x_1 + 3,41$	5	0,85	3,15

**Tabela XLV** - Correlações Simples Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com o Volume do Filtrado de Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = ax_1 + b$	GL	r	$\alpha$ %
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = 0,41x_1 + 1,32$	5	0,83	3,98
		150	$y = -2,55x_1 + 59,31$	5	-0,86	2,71
	APÓS DIÁLISE	130	$y = -0,89x_1 - 4,62$	5	0,82	4,52
VERMELHA	SEM DIÁLISE	110	$y = 1,42x_1 - 3,79$	5	0,87	2,32
		130	$y = 2,70x_1 - 11,38$	5	0,84	3,77
		150	$y = 0,36x_1 + 25,30$	5	-0,95	0,30
	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,32x_1 + 3,68$	5	0,82	4,34
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 1,00x_1 - 12,31$	5	0,88	2,15
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = 0,25x_1 + 3,67$	5	0,85	3,35
		130	$y = -2,19x_1 + 51,39$	5	-0,84	3,45



significativas; para as argilas de cor vermelha de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente plástica, e com o volume do filtrado apenas 8 são significativas, e para as argilas do tipo sortida de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 7 são significativas.

2 - Para as argilas de cor verde-clara das 243 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 15 são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha das 243 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 15 são consideradas significativas e, para as argilas do tipo sortida das 243 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 13 são consideradas significativas.

3 - Para as argilas de cor verde-clara, das 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente, e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 10 são consideradas significativas; para as argilas de cor vermelha das 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, e com o volume do filtrado, apenas 15 são consideradas significativas e, para as argilas do tipo sortida das 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, e

com volume do filtrado, apenas 13 são consideradas significativas.

Do resumo da análise de regressão linear simples pode-se observar que de 729 correlações realizadas com as argilas de cor verde-clara, apenas 31 são significativas; nas argilas de cor vermelha de 729 correlações realizadas, apenas 36 são significativas e, para as argilas do tipo sortida de 729 correlações realizadas, apenas 35 são significativas. O que indica que a maioria dos resultados obtidos não segue o modelo matemático proposto.

Observa-se, ainda, que o maior número de correlações significativas para as argilas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida são obtidos quando os teores de bicarbonato são correlacionados com as viscosidades aparente e plástica e com o volume do filtrado.

Quanto ao exame das tabelas, com relação ao sinal dos coeficientes de correlações, podem ser feitas as seguintes observações: para os teores de carbonato, bicarbonato e carbonato mais bicarbonato com a viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado, os coeficientes de correlações positivos mostram que os teores de carbonato tendem a crescer com o aumento das viscosidades aparente ou plástica ou do volume do filtrado, enquanto os valores negativos dos coeficientes de correlações mostram que os teores de carbonato tendem a variar no sentido oposto ao das viscosidades aparente ou plástica ou do volume do filtrado.

Os resultados da análise estatística por regressão linear múltipla entre os teores de carbonato, bicarbonato e carbonato mais bicarbonato com duas variáveis ou seja, com

as viscosidades aparente e plástica, com a viscosidade aparente e o volume do filtrado e com a viscosidade plástica e o volume do filtrado estão apresentados nas Tabelas de XLVI a LVII, onde estão indicados a condição de cura, a temperatura, o grau de liberdade, a equação, o coeficiente múltiplo de determinação e a significância global da regressão. Foram realizadas 270 correlações para cada amostra, mas são definidas nas Tabelas de XLVI a LVII apenas as correlações significativas, ou seja aquelas em que: a razão F calculada excede o valor tabelado de F que no caso é igual a 9,55 para o nível de significância menor ou igual a 5% preestabelecido para a pesquisa e grau de liberdade 2/3.

Do exame da Tabela XLVI chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com as viscosidades aparente e plástica, apenas quatro são significativas; para as argilas de cor vermelha de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com as viscosidades aparente e plástica, apenas uma é significativa e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com as viscosidades aparente e plástica, apenas três são significativas.

Do exame da Tabela XLVII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas cinco são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas duas são signifi

**Tabela XLVI - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica das Argilas Esmeclíticas de Cores Verde-Clara, vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba**

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,39x_1 + 0,25x_2 - 0,07$	2/3	0,97	46,29	9,55
		130	$y = -0,30x_1 + 0,34x_2 + 2,16$	2/3	0,92	16,68	9,55
CLARA	APÓS DIÁLISE	110	$y = -1,23x_1 + 0,65x_2 + 2,46$	2/3	0,97	57,06	9,55
		150	$y = -18,06x_1 - 1,89x_2 + 159,55$	2/3	0,97	42,68	9,55
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	150	$y = -1,04x_1 + 1,63x_2 - 0,83$	2/3	0,90	13,41	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,40x_1 + 0,19x_2 - 1,43$	2/3	0,98	70,89	9,55
		110	$y = 2,10x_1 - 1,99x_2 + 7,20$	2/3	0,94	25,69	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -0,33x_1 + 0,02x_1 + 2,86$	2/3	0,92	16,67	9,55

Tabela XLVII - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato com a Viscosidade Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmectíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C.	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	SEM DIÁLISE	150	$y = 1,35x_1 - 2,05x_2 + 5,40$	2/3	0,90	13,45	9,55
		130	$y = 0,20x_1 - 1,65x_2 + 9,38$	2/3	0,87	10,42	9,55
	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,81x_1 - 2,89x_2 + 43,99$	2/3	0,91	15,08	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -0,67x_1 + 0,32x_2 + 23,13$	2/3	0,96	35,20	9,55
		150	$y = 0,53x_1 - 1,66x_2 + 0,69$	2/3	0,92	16,54	9,55
VERMELHA	SEM DIÁLISE	130	$y = 0,60x_1 - 2,48x_2 + 36,16$	2/3	0,88	11,89	9,55
		150	$y = 0,21x_1 + 16,87$	2/3	0,73	11,28	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -0,09x_1 - 0,32x_2 + 5,17$	2/3	0,87	11,67	9,55
		150	$y = -0,99x_1 + 0,20x_2 + 18,57$	2/3	0,94	24,31	9,55

cativas.

Do exame da Tabela XLVIII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com a viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas cinco são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato e volume do filtrado, apenas três são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas quatro são significativas.

Do exame da Tabela XLIX chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, apenas cinco são significativas; o mesmo acontece para as argilas de cor vermelha e do tipo sortida.

Do exame da Tabela L chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas seis são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas cinco são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas seis são significativas.

Do exame da Tabela LI chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara; de 81 correlações

**Tabela XLVIII - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato com a Viscosidade Aparente e Volume do Filtrado das Argilas Esmectíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba**

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,51x_1 - 0,23x_2 + 0,29$	2/3	0,90	13,98	9,55
		110	$y = 0,49x_1 + 0,98x_2 - 23,31$	2/3	0,89	12,43	9,55
CLARA	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,97x_1 + 0,51x_2 - 4,48$	2/3	0,97	105,71	9,55
		150	$y = 0,14x_1 + 1,22x_2 + 0,25$	2/3	0,90	14,43	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -0,35x_1 + 0,16x_2 + 12,64$	2/3	0,95	26,29	9,55
VERMELHA	SEM DIÁLISE	130	$y = -1,01x_1 - 1,58x_2 + 46,06$	2/3	0,88	11,89	9,55
		110	$y = 0,31x_1 + 0,37x_2 + 0,90$	2/3	0,87	10,00	9,55
		150	$y = 0,14x_1 + 1,22x_2 + 0,25$	2/3	0,90	14,43	9,55
SORTIDA	SEM DIÁLISE	T.A.	$y = -3,18x_1 - 2,00x_2 + 107,69$	2/3	0,96	37,29	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,12x_1 - 0,19x_2 - 3,84$	2/3	0,90	13,85	9,55
		150	$y = 0,72x_1 + 0,03x_2 + 13,14$	2/3	0,98	66,17	9,55
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -0,33x_1 + 0,18x_2 + 6,76$	2/3	0,99	104,63	9,55

**Tabela XLIX** -Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Bicarbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica das Argilas Esmectíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Ferítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	150	$y = 4,27x_1 + 0,26x_2 - 28,00$	2/3	0,95	28,85	9,55
		150	$y = -0,86x_1 - 0,67x_2 + 6,22$	2/3	0,90	13,63	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,28x_1 + 0,42x_2 + 3,48$	2/3	0,88	11,11	9,55
	SEM DIÁLISE	110	$y = 1,26x_1 + 0,99x_2 - 4,61$	2/3	0,87	10,48	9,55
		130	$y = 4,15x_1 - 2,16x_2 + 3,39$	2/3	0,95	29,76	9,55
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,65x_1 + 0,62x_2 + 3,16$	2/3	0,90	13,92	9,55
		130	$y = -1,54x_1 + 0,40x_2 + 11,31$	2/3	0,87	10,28	9,55
		130	$y = -0,57x_1 + 0,24x_2 + 2,36$	2/3	0,88	10,73	9,55
	APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,54x_1 + 0,44x_2 - 8,20$	2/3	0,94	23,12	9,55
	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,0x_1 + 1,25x_2 + 0,36$	2/3	0,74	11,82	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,42x_1 + 0,75x_2 - 7,95$	2/3	0,97	49,26	9,55
		130	$y = -0,15x_1 + 1,51x_2 - 3,73$	2/3	0,98	89,22	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,39x_1 + 0,32x_2 + 2,31$	2/3	0,98	65,05	9,55
		130	$y = -0,59x_1 + 0,36x_2 - 0,54$	2/3	0,95	27,46	9,55
		150	$y = 1,05x_1 + 0,57x_2 - 15,02$	2/3	0,98	70,63	9,55



**Tabela L** - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Bicarbonato com a Viscosidade Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmeclíticas de Cores Verde -Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	F <sub>cal</sub>	F <sub>crítico</sub>
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	150	$y = 0,61x_1 + 1,38x_2 - 13,53$	2/3	0,97	10,28	9,55
		110	$y = -0,46x_1 - 1,33x_2 + 25,61$	2/3	0,96	37,95	9,55
		110	$y = 1,25x_1 - 0,20x_2 - 15,62$	2/3	0,99	126,12	9,55
VERMELHA	SEM DIÁLISE	130	$y = 0,83x_1 + 4,57x_2 - 30,02$	2/3	0,91	15,71	9,55
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -0,35x_1 - 1,68x_2 + 18,83$	2/3	0,89	12,57	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = -0,33x_1 - 1,89x_2 + 23,26$	2/3	0,88	11,38	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 0,33x_1 - 9,41x_2 + 56,49$	2/3	0,98	75,71	9,55

**Tabela LI** - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Bicarbonato com a Viscosidade Aparente e Volume do Filtrado das Argilas Esmectíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	130	$y = 1,66x_1 + 1,45x_2 - 42,48$	2/3	0,92	18,02	9,55
		130	$y = 0,25x_1 - 0,27x_2 + 6,50$	2/3	0,99	104,76	9,55
		150	$y = -0,09x_1 - 1,67x_2 + 0,83$	2/3	0,97	49,67	9,55
	SEM DIÁLISE	110	$y = 0,52x_1 + 1,00x_2 - 9,97$	2/3	0,87	10,38	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 1,26x_1 - 0,05x_2 - 16,23$	2/3	1,00	836,28	9,55
130		$y = 0,44x_1 - 2,85x_2 + 10,00$	2/3	0,96	32,75	9,55	
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 4,88x_1 + 0,72x_2 - 87,19$	2/3	0,88	11,95	9,55
		110	$y = 0,46x_1 + 0,84x_2 - 12,14$	2/3	0,88	11,45	9,55
		130	$y = -0,76x_1 + 0,21x_2 + 14,96$	2/3	0,92	16,85	9,55
	APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,54x_1 + 0,44x_2 - 8,20$	2/3	0,94	23,12	9,55
		150	$y = -0,18x_1 - 0,45x_2 + 8,52$	2/3	0,91	14,52	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = -0,23x_1 + 0,93x_2 - 3,95$	2/3	0,92	17,95	9,55
		130	$y = 0,28x_1 + 1,66x_2 - 5,04$	2/3	0,99	172,35	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,55x_1 + 0,51x_2 - 10,78$	2/3	0,92	16,95	9,55
		110	$y = -0,01x_1 + 0,36x_2 + 0,19$	2/3	0,96	36,14	9,55
		130	$y = 0,93x_1 + 0,53x_2 - 21,24$	2/3	0,88	10,63	9,55
		150	$y = 0,17x_1 + 0,57x_2 - 14,75$	2/3	0,96	40,85	9,55

realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas três são significativas; para as argilas de cor vermelha de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas três são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas uma é significativa.

Do exame da Tabela LII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, apenas seis são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, apenas três são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidades aparente e plástica, apenas nove são significativas.

Do exame da Tabela LIII chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas seis são significativas: para as argilas de cor vermelha, de 81 relaciones realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas quatro são significativas, e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade plástica e volume do fil

**Tabela LII - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica das Argilas Esmeclíticas de Cores Verde-Clará, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba**

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -1,19x_1 + 0,81x_2 + 5,28$	2/3	0,88	11,45	9,55
		110	$y = -1,09x_1 + 0,19x_2 + 10,59$	2/3	0,87	10,38	9,55
		150	$y = -3,36x_1 + 0,11x_2 + 24,54$	2/3	0,93	19,41	9,55
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -1,46x_1 + 0,87x_2 + 5,63$	2/3	0,95	30,66	9,55
		150	$y = -13,79 - 1,63x_2 + 131,55$	2/3	0,97	49,12	9,55
SEM DIÁLISE	110	$y = 1,58x_1 + 0,78x_2 + 9,50$	2/3	0,98	84,56	9,55	
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,66x_1 + 1,02x_2 - 0,17$	2/3	0,89	12,58	9,55
		130	$y = -1,73x_1 + 0,25x_2 + 14,97$	2/3	0,92	17,98	9,55
	APÓS DIÁLISE	150	$y = 0,54x_1 + 0,03x_2 + 2,21$	2/3	0,90	13,63	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,54x_1 + 0,92x_2 - 8,12$	2/3	0,92	16,95	9,55
		110	$y = 0,30x_1 + 0,31x_2 + 0,66$	2/3	0,92	17,93	9,55
		130	$y = -0,68x_1 + 1,81x_2 + 0,05$	2/3	0,91	15,95	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = -8,64x_1 - 0,07x_2 + 51,60$	2/3	0,98	106,95	9,55
		130	$y = -0,47x_1 - 0,35x_2 + 14,43$	2/3		10,28	9,55
		110	$y = -0,42x_1 + 0,35x_2 + 2,16$	2/3	0,99	106,33	9,55
		130	$y = -0,92x_1 + 0,38x_2 + 2,32$	2/3	0,95	26,42	9,55
		150	$y = 0,53x_1 + 0,66x_2 - 14,24$	2/3	0,97	43,15	9,55
	SEM DIÁLISE	150	$y = -2,45x_1 + 1,01x_2 + 14,34$	2/3	0,97	52,87	9,55

**Tabela LIIL** Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com a Viscosidade Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmeclíticas de cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 1,14x_1 - 1,20x_2 - 2,24$	2/3	0,94	22,89	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	150	$y = 0,61x_1 + 1,38x_2 - 13,53$	2/3	0,97	11,03	9,55
		110	$y = -0,59x_1 - 1,46x_2 + 29,26$	2/3	0,96	39,01	9,55
		150	$y = 0,69x_1 - 4,92x_2 + 22,05$	2/3	0,93	18,86	9,55
		110	$y = 1,54x_1 - 0,09x_2 - 20,74$	2/3	0,96	37,23	9,55
VERMELHA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 2,92x_1 - 2,13x_2 - 23,00$	2/3	0,87	10,19	9,55
		130	$y = -0,12x_1 - 1,75x_2 + 19,81$	2/3	0,89	11,70	9,55
	SEM DIÁLISE	130	$y = 3,02x_1 + 3,17x_2 - 23,65$	2/3	0,89	12,11	9,55
		150	$y = -0,36x_1 + 25,30$	2/3	0,91	41,21	9,55
	APÓS DIÁLISE	150	$y = -0,01x_1 + 0,56x_2 + 2,61$	2/3	0,91	14,56	9,55
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,31x_1 - 7,70x_2 + 40,74$	2/3	0,98	115,88	9,55

trado, apenas sete são significativas.

Do exame da Tabela LIV chega-se às seguintes verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas cinco são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas cinco são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 81 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas uma é significativa.

Em resumo, podem ser feitas as seguintes observações quanto ao estudo da análise estatística por regressão linear múltipla com duas variáveis.

1 - Para as argilas de cor verde-clara, de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidades aparente e plástica, com viscosidade aparente e volume do filtrado e com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas 14 são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado, apenas 6 são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado apenas 9 são significativas.

2 - Para as argilas de cor verde-clara, de 243 correla

**Tabela LIV-** Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com a Viscosidade Aparente e Volume do Filtrado das Argilas Esmeclíticas de cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	130	$y = 1,21x_1 + 1,06x_2 - 26,30$	2/3	0,91	15,19	9,55
		110	$y = 0,68x_1 + 1,34x_2 - 28,39$	2/3	0,98	73,65	9,55
	COM CO <sub>2</sub>	150	$y = -1,26x_1 + 0,34x_2 + 26,37$	2/3	0,90	13,91	9,55
		110	$y = 1,54x_1 - 0,02x_2 - 21,00$	2/3	0,96	37,23	9,55
		130	$y = 0,49x_1 - 3,37x_2 + 12,65$	2/3	0,96	38,88	9,55
SEM DIÁLISE	110	$y = 0,59x_1 + 0,80x_2 + 3,97$	2/3	0,95	31,74	9,55	
VERMELHA	APÓS DIÁLISE	110	$y = 0,53x_1 + 1,27x_2 - 17,09$	2/3	0,93	21,21	9,55
		130	$y = 1,23x_1 + 1,56x_2 - 29,93$	2/3	0,88	10,80	9,55
	SEM DIÁLISE	130	$y = 4,24x_1 + 1,90x_2 - 80,79$	2/3	0,92	16,22	9,55
		150	$y = -0,36x_1 - 0,13x_2 + 25,98$	2/3	0,91	15,72	9,55
SORTIDA	COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 0,67x_1 + 0,71x_2 - 14,63$	2/3	0,97	44,87	9,55
		130	$y = -0,22x_1 - 0,85x_2 + 21,68$	2/3		12,77	9,55
		110	$y = -0,32x_1 + 0,37x_2 + 5,16$	2/3	0,97	50,71	9,55
		130	$y = 0,76x_1 + 0,53x_2 - 21,24$	2/3	0,88	10,63	9,55
		150	$y = -0,54x_1 + 0,60x_2 - 1,62$	2/3	0,97	45,69	9,55
	APÓS DIÁLISE	110	$y = -0,27x_1 + 0,30x_2 + 7,06$	2/3	0,93	18,99	9,55
		130	$y = 0,10x_1 + 2,03x_3 - 5,33$	2/3	0,95	30,24	9,55

ções realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade aparente e volume do filtrado e, com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas 14 são significativas; para as argilas de cor vermelha de 243 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade aparente e volume do filtrado e com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas 13 são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 243 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade aparente e volume do filtrado e com viscosidade plástica e volume do filtrado, apenas 12 são significativas.

3 - Para as argilas de cor verde-clara, de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidades aparente e plástica, com viscosidade plástica e volume do filtrado e com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas 17 são significativas; para as argilas de cor vermelha de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade plástica e volume do filtrado e com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas 12 são significativas; e para as argilas do tipo sortida, de 243 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade plástica e volume do filtrado e com viscosidade aparente e volume do filtrado, apenas 17 são significativas.



4 - Do resumo da análise de regressão linear múltipla com duas variáveis, pode-se observar que de 729 correlações realizadas, 45 são significativas para as argilas de cor verde-clara, 31 são significativas para as argilas de cor vermelha e, 38 são significativas para as argilas do tipo sortidas, o que indica que a maioria dos resultados obtidos não segue o modelo matemático proposto.

5 - Observa-se ainda, que o maior número de correlações significativas para as três amostras estudadas, são obtidas quando os teores de carbonato mais bicarbonato são correlacionadas com viscosidade aparente e plástica, com viscosidade aparente e volume do filtrado e com viscosidade plástica e volume do filtrado.

Os resultados da análise estatística por regressão linear múltipla entre os teores de carbonato, bicarbonato e carbonato mais bicarbonato com três variáveis, ou seja, com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado estão apresentados nas Tabelas de LV a LVII, onde estão indicados a amostra, condição de cura, temperatura, equação, coeficiente múltiplo de determinação e a significância global da regressão. Foram realizadas 90 correlações para cada amostra, mas são definidas nas Tabelas de LV a LVII apenas as correlações consideradas significativas, ou seja, aquelas em que a razão F calculada excede o valor tabelado de F que no caso é igual a 19,16 para o nível de significância menor ou igual a 5%, preestabelecido para a pesquisa e grau de liberdade igual a 3/2.

Do exame da Tabela de LV a LVII chega-se às seguintes

**Tabela LV** - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmeclíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,56x_1 - 0,31x_2 - 0,21x_3 + 1,12$	3/2	0,98	31,25	19,16
		110	$y = -0,20x_1 - 1,65x_2 + 0,51x_3 + 12,53$	3/2	0,98	34,53	19,16
		150	$y = -2,05x_1 - 24,28x_2 - 2,05x_3 + 235,35$	3/2	1,00	234,66	19,16
CLARA	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,98x_1 - 0,06x_2 + 0,49x_3 - 4,23$	3/2	0,99	47,25	19,16
		150	$y = 0,20x_1 - 2,42x_2 + 2,23x_3 + 0,58$	3/2	0,97	30,98	19,16
VERMELHA	SEM DIÁLISE	150	$y = -0,30x_1 - 1,09x_3 + 22,63$	3/2	0,96	35,44	19,16
SORTIDA	SEM DIÁLISE	T.A.	$y = -2,48x_1 + 0,23x_2 - 1,65x_3 + 87,70$	3/2	0,99	382,03	19,16
		110	$y = -0,28x_1 + 0,07x_2 + 0,19x_3 + 5,38$	3/2	0,99	47,51	19,16
		110	$y = 0,12x_1 + 1,84x_2 - 1,70x_3 + 4,34$	3/2	0,98	29,58	19,16
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	150	$y = -0,75x_1 - 0,06x_2 + 0,03x_3 + 13,59$	3/2	0,98	30,80	19,16

**Tabela LVI** - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Bicarbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmectíticas de Cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE	APÓS DIÁLISE	130	$y = 0,27x_1 + 0,10x_2 - 0,28x_3 + 5,54$	3/2	0,99	112,19	19,16
		150	$y = 0,49x_1 + 5,75x_2 + 0,30x_3 - 46,01$	3/2	1,00	659,47	19,16
		150	$y = -0,12x_1 + 0,26x_2 - 1,94x_3 + 10,78$	3/2	0,97	25,32	19,16
CLARA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = -0,58x_1 - 1,85x_2 - 0,21x_3 + 36,47$	3/2	0,98	37,27	19,16
		110	$y = 1,26x_1 + 0,0x_2 - 0,05x_3 - 16,23$	3/2	1,00	371,73	19,16
VERMELHA	SEM DIÁLISE	T.A.	$y = -6,45x_1 + 10,10x_2 + 1,50x_3 + 36,81$	3/2	0,98	33,08	19,16
		130	$y = 1,26x_1 + 3,36x_2 + 1,34x_3 - 44,05$	3/2	0,99	90,18	19,16
SORTIDA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 0,29x_1 + 0,55x_2 + 0,70x_3 - 13,23$	3/2	0,98	29,41	19,16
		130	$y = 0,04x_1 + 0,24x_2 + 1,63x_3 - 6,10$	3/2	0,99	164,76	19,16
	COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = -0,30x_1 - 9,71x_2 - 0,03x_3 + 58,32$	3/2	0,98	33,98	19,16
		110	$y = -0,14x_1 - 0,40x_2 + 0,32x_3 + 4,74$	3/2	0,98	30,23	19,16
		130	$y = 1,60x_1 - 0,82x_2 + 0,61x_3 - 37,40$	3/2	0,99	116,26	19,16
		150	$y = -0,60x_1 + 1,52x_2 + 0,53x_3 - 4,82$	3/2	0,98	40,55	19,16

**Tabela LVII - Correlações Múltiplas Significativas entre os Teores de Carbonato mais Bicarbonato com as Viscosidades Aparente e Plástica e Volume do Filtrado das Argilas Esmectíticas de cores Verde-Clara, Vermelha e do Tipo Sortida de Boa Vista, Paraíba**

AMOSTRA	CONDIÇÃO DE CURA	TEMPERATURA °C	EQUAÇÃO $y = a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + b$	GL	R <sup>2</sup>	Fcal	Fcrítico
VERDE CLARA	APÓS DIÁLISE	T.A.	$y = 1,81x_1 - 1,13x_2 - 0,09x_3 - 1,19$	3/2	0,97	19,48	19,16
		130	$y = 1,01x_1 - 0,68x_2 + 1,64x_3 - 22,58$	3/2	0,98	43,58	19,16
		110	$y = 0,55x_1 - 0,32x_2 + 1,24x_3 - 21,45$	3/2	0,98	36,41	19,16
		150	$y = -1,57x_1 - 18,53x_2 - 1,76x_3 + 189,34$	3/2	1,00	204,70	19,16
		130	$y = 0,11x_1 + 0,72x_2 - 1,57x_3 + 8,80$	3/2	0,98	28,60	19,16
	SEM DIÁLISE	110	$y = -0,06x_1 + 1,71x_2 + 0,78x_3 + 10,17$	3/2	0,98	33,02	19,16
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	110	$y = 1,54x_1 - 0,04x_2 - 0,01x_3 - 20,89$	3/2	0,96	16,74	19,16
VERMELHA	SEM DIÁLISE	T.A.	$y = -5,47x_1 + 9,49x_2 + 1,47x_3 + 41,85$	3/2	0,99	86,66	19,16
		130	$y = 4,01x_1 + 2,02x_2 + 1,36x_3 - 68,81$	3/2	0,97	25,63	19,16
		150	$y = -0,36x_1 - 0,13x_3 + 25,98$	3/2	0,91	15,71	9,55
	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	130	$y = 0,59x_1 - 1,09x_2 + 0,95x_3 - 6,13$	3/2	0,98	29,65	19,16
SORTIDA	APÓS DIÁLISE COM CO <sub>2</sub>	T.A.	$y = 0,42x_1 - 8,79x_2 - 0,10x_3 + 47,39$	3/2	0,99	73,05	19,16
		110	$y = 0,78x_1 + 0,39x_2 + 0,68x_3 - 18,81$	3/2	0,98	26,14	9,55
		110	$y = 0,47x_1 - 0,46x_2 + 0,34x_3 + 10,42$	3/2	0,99	85,61	19,16
		130	$y = 1,72x_1 - 1,17x_2 + 0,65x_3 - 37,03$	3/2	0,99	63,44	19,16
		150	$y = 1,35x_1 + 1,59x_2 + 0,56x_3 + 8,77$	3/2	0,98	30,77	19,16
	SEM DIÁLISE	150	$y = 0,02x_1 - 2,59x_2 + 1,19x_3 + 13,53$	3/2	0,98	30,55	19,16

verificações: para as argilas de cor verde-clara, de 90 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade plástica e volume do filtrado (Tabela LV) apenas cinco são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 90 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LV) apenas uma é significativa e, para as argilas do tipo sortida, de 90 correlações realizadas entre os teores de carbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LV) apenas quatro são significativas; para as argilas de cor verde-clara, de 90 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVI) apenas cinco são significativas; para as argilas de cor vermelha de 90 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVI) apenas duas são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 90 correlações realizadas entre os teores de bicarbonato com a viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVI) apenas seis são significativas; para as argilas de cor verde-clara, de 90 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVII) apenas sete são significativas; para as argilas de cor vermelha de 90 correlações realizadas entre os teores de carbonato mais bicarbonato com viscosidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVII) apenas quatro são significativas e, para as argilas do tipo sortida, de 90 correlações realizadas, entre os teores de carbonato mais bicarbonato com vis

cisidade aparente e plástica e volume do filtrado (Tabela LVII) apenas seis são significativas.

Em resumo, podem ser feitas as seguintes observações quanto ao estudo da análise estatística por regressão linear múltipla com três variáveis.

1 - Para as argilas de cor verde-clara, de 90 correlações realizadas, apenas 17 são significativas; para as argilas de cor vermelha, de 90 correlações realizadas, apenas 7 são significativas e, para as argilas do tipo sortida de 90 correlações realizadas, apenas 16 são significativas.

2 - Observa-se ainda, que o maior número de correlações significativas é obtida para as três amostras estudadas, quando os teores de carbonato mais bicarbonato são correlacionados com viscosidade aparente e plástica e o volume do filtrado.

3 - Do resumo da análise de regressão linear múltipla com três variáveis, pode-se observar que a maioria dos resultados obtidos não segue o modelo matemático proposto.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

Três argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e do tipo sortida de Boa Vista, Paraíba foram estudadas no decorrer deste trabalho, com a finalidade de contribuir na otimização do processo de beneficiamento das argilas esmectíticas, através do estudo dos efeitos de tratamento de cura em câmara úmida e autoclave de algumas propriedades reológicas, para uso como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo, podendo-se chegar às seguintes conclusões.

#### 5.1 - Quanto aos ensaios de caracterização mineralógica

5.1.1 - A amostra verde-clara é constituída mineralogicamente por montmorilonita, do tipo nontronita ou nontronita-beidellita, caulinita, illita e quartzo. A capacidade de troca de cátions é de 88,4 meq/100g. A área específica pelo método de adsorção do azul de metileno é de 532,4 m<sup>2</sup>/g, pelo método de permeâmetro de Blaine é de 5,42 m<sup>2</sup>/g e pelo método de Fisher é de 1,1364 m<sup>2</sup>/g.

5.1.2 - A amostra vermelha é constituída mineralogicamente por montmorilonita, do tipo nontronita ou nontronita-beidellita, caulinita, illita e quartzo. A capacidade de troca de cátions é de 70,4 meq/100g. A área específica pelo método de adsorção de azul de metileno é de 499,2 m<sup>2</sup>/g; pelo método de permeâmetro de Blaine é de 10,4 m<sup>2</sup>/g e pelo método de Fisher é de 0,7743 m<sup>2</sup>/g.

5.1.3 - A amostra do tipo sortida é constituída mineralogicamente por mistura de argilominerais do grupo da esmectita e caulinita. A capacidade de troca de cátions é de 69,3 meq/100g. A área específica pelo método de adsorção de azul de metileno é de 540,84 m<sup>2</sup>/g; pelo método de permeâmetro de Blaine é de 0,1518 m<sup>2</sup>/g e pelo método de Fisher é de 0,7073 m<sup>2</sup>/g.

## 5.2 - Quanto aos ensaios tecnológicos

5.2.1 - As argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e sortida em seu estado natural (1º processo) apresentam propriedades reológicas imprestáveis (100%) para uso como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo.

5.2.2 - No tratamento das argilas esmectíticas de cores verde-clara, vermelha e sortida com carbonato de sódio na proporção de 100 meq por 100 g de argila no tempo zero de cura



(2º processo) sem diálise, após diálise e, após diálise com o uso de  $\text{CO}_2$ , são obtidos valores das propriedades reológicas que satisfazem as especificações (100%) da Petrobrás (1968).

5.2.3 - Com a técnica de cura em câmara úmida com 100% UR em temperaturas ambientes em tempos rápidos de cura (2º processo) é possível melhorar as propriedades reológicas das argilas esmectíticas estudadas..

5.2.4 - O efeito da autoclavagem é bastante significativo, não favorecendo as propriedades reológicas das argilas estudadas, quando essas argilas são tratadas com carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100g de argila antes da autoclavagem (terceiro processo).

5.2.5 - O efeito da diálise foi mais conveniente do que o efeito da temperatura, uma vez que, com o processo de diálise (quarto processo) os valores das propriedades reológicas foram mais adequados, estando acima dos mínimos especificados pela Petrobrás (1968).

5.2.6 - A técnica de cura em autoclave, quando as argilas esmectíticas são submetidas à secagem com ventilação a  $40^\circ\text{C}$  antes da autoclavagem (quinto processo) não favorece em pon

to algum a melhoria das propriedades reológicas.

5.2.7 - Para as argilas esmectíticas de cores verde-clara , vermelha e do tipo sortida, o efeito da diálise é bastante favorável na melhoria das propriedades reológicas.

5.2.8 - Acredita-se que provavelmente o  $\text{CO}_2$  dissolve na água e ataca o  $\text{CaCO}_3$  resultante da capacidade de troca de cátions e transforma o  $\text{CaCO}_3$  em  $\text{CaHCO}_3$  (bicarbonato de cálcio) que sendo solúvel, prejudica as propriedades reológicas.

### 5.3 - Quanto aos teores de carbonato e bicarbonato

5.3.1 - O maior número de correlações significativas para as argilas de cor verde-clara, vermelha e do tipo sortida é obtido quando os teores de bicarbonato são correlacionados com as viscosidades aparente e plástica e com o volume do filtrado. Foram realizadas 243 correlações, sendo 43 consideradas significativas.

5.3.2 - Os teores de carbonato e bicarbonato influenciam nos valores das viscosidades aparente e plástica, uma vez que, à medida em que os teores de carbonato e bicarbonato diminuiam, ocorria melhoria nos valores das viscosidades aparente

te e plástica.

#### 5.4 - Quanto à análise estatística

5.4.1 - Para análise de regressão linear simples, de 729 correlações realizadas, apenas 40% são significativas. O que indica que a maioria dos resultados obtidos (60%) não segue o modelo matemático proposto.

5.4.2 - Para a análise de regressão linear múltipla com duas variáveis, de 729 correlações realizadas, apenas 40% são significativas. O que indica que a maioria dos resultados obtidos (60%) não seguem o modelo matemático proposto.

5.4.3 - Para a análise de regressão linear múltipla com três variáveis, de 270 correlações realizadas, apenas 18% são significativas. O que indica que a maioria dos resultados obtidos (82%) não segue o modelo matemático proposto.

#### Conclusões Finais

A cura em autoclave das argilas esmectíticas quando estas são tratadas com solução concentrada de carbonato de sódio na proporção de 100meq por 100g de argila da autoclavagem, não favoreceu as propriedades reológicas quanto a seu

uso como agente tixotrópico em fluidos de perfuração de poços de petróleo.

O efeito da diálise é bastante conveniente na melhoria das propriedades reológicas das argilas esmectíticas em estudo.

O uso do  $\text{CO}_2$  prejudica as propriedades reológicas das argilas esmectíticas estudadas.

Dos processos analisados quando comparados entre si, observa-se que o 2º e 4º processos sem o uso de  $\text{CO}_2$ , foram os que apresentaram melhores resultados frente às especificações da Petrobrás (1968).

## CAPÍTULO 6

## SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

- 1 - Estudar através da técnica de cura em autoclave, outras amostras do distrito de Boa Vista, município de Campina Grande, Paraíba, seguindo tipos de tratamentos descritos neste trabalho.
- 2 - Estudo destas argilas (verde-clara, vermelha e do tipo sortida) com diferentes concentrações de carbonato de sódio (50meq, 75meq, 125meq e 150meq por 100 g de argila) para cura em autoclave a 100% U.R. e temperatura de 110°C, 130°C e 150°C nos mesmos intervalos de tempo descrito neste trabalho.
- 3 - O estudo cuidadoso dos efeitos do processo Pádua, ou seja, a cura de argilas montmorilonitas após tratamento com carbonato de sódio sem contato com o ar.
- 4 - Extensão desses estudos a outras jazidas como Lages e Juá-Pb de forma a se obter melhor conhecimento do comportamento das argilas esmectíticas de Boa Vista, Paraíba.
- 5 - Testar outro modelo matemático, por exemplo, ajustamento por potência, exponencial, polinomial na tentativa de melhor explicar as variações dos carbonato, bicarbonato e carbonato mais bicarbonato em função das viscosidades aparente e plástica e volume do filtrado.

6 - Novas combinações entre as variáveis, de modo a incluir as seguintes: VPVA, VFVA, VFVP, VFVPVA, VPVFVA, etc.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. Determi  
nação de cimento portland mediante emprego do aparelho  
de permeabilidade do ar, MB. (1966).
2. ANÔNIMO, Rochas e Silicatos, dosagem de:  $H_2O$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  
 $FeO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $TiO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$ . Método de  
Análise nº 88. Divisão de Geologia - Departamento de  
Recursos, Superintendência do Desenvolvimento do Nordes  
te - 1970.
3. ANÔNIMO, Calibrador de Partículas "Fisher" catálogo nº  
14-311, Fisher Scientific Company International Divi  
sion, Springfield, N.J. U.S.A.
4. ARAÚJO, R.N.V. et alii. Desenvolvimento de um Reator para  
obtenção de Argilas Montmoriloníticas, Parte II - Um mo  
delo cinético para Ativação, Mimeografado, Sergipe(1984)
5. ASSUNÇÃO, L.M.C. et alii. Influência da Concentração, Ve  
locidade e Tempo de Agitação nas Propriedades Reológicas  
de Dispersões de Montmorilonitas Industrializadas no Es  
tado da Paraíba - Cerâmica 25 (114) 165 (1979)
6. BARBOSA, M.L. Estudo de Algumas Propriedades Reológicas de  
Argilas Esmectíticas da Localidade de Bravo, Distrito de  
Boa Vista, Campina Grande - Paraíba, após Cura em Câma  
ra Controlada. Dissertação de Mestrado, Deptº de Enge  
nharia Química - UFPb-CCT (1985)
7. BENTONITA. Anuário Mineral Brasileiro (1980)
8. BERG, E.A.T & SOUZA SANTOS, P. Ocorrências de Argilas Mont  
moriloníticas no Estado do Paraná. Miner. Metal. 48 (283),  
25 (1968)

9. BLADEL, R.V. & LAUDELOUT, H. Apparent Irreversibility of Ion Exchange Reaction in Clay suspensions. Soil Science 104 (2), 134-137 (1967)
10. BRITO, L.P. Caracterização de pós através da área específica-Aplicação a Solos Lateríticos da região Nordeste do Brasil. Dissertação de Mestrado - Deptº de Engenharia Química - UFPb-CCT (1984)
11. CALDASSO, A.L.S. Geologia da Jazida de Bos Vista (Paraíba) Série Especial nº 2, SUDENE, Divisão de Geologia, Recife (1965)
12. CALDASSO, A.L.S. Jazida de Argila de Bos Vista, Paraíba. Bol. Soc. Bras. Geol. 16 (1) 5 (1967)
13. CALVETE, R. & PROST, R. Cation Migration Into Empty Octahedral Sites and Surface Properties of Clays. Clay and Clay Minerals 19 175-186 (1971)
14. CAMPOS, L.M.V. & SOUZA SANTOS, P. A Troca por diferentes Sais de Sódio de uma Montmorilonita de Boa Vista, Campina Grande - Paraíba, com diferentes Compostos de Sódio. Cerâmica 23 (96), 249 (1977)
15. CAVAZZONI, J.C.Z. Estudo da capacidade de Troca de Cátions Totais em Argilas Montmoriloníticas por meio de Traçadores Radiativos. Cerâmica 20 (80) 333 (1974)
16. CHEN, T.J. et alii. Determinação da capacidade de troca de Cátions e da área específica de algumas argilas e caulins brasileiros pelo azul de metileno e sua correlação com algumas propriedades reológicas - Cerâmica, 20 (79), 705 (1974)
17. DAVIDTZ, J.C. & LOW, P.F. Relations Between Crystal-Lattice Configuration and Swelling of Montmorilonites - Clay and Clay Minerals 18 325 (1970)



18. DEMATTE, C.L. Bentonita: Beneficiamento e Uso no Brasil. *Cerâmica* 26 (132) 353 (1980)
19. DÍAZ, F.R.V. Estudos em Escala de Laboratório, visando Corrigir a viscosidade plástica de Esmeclita de Cor Verde-Lodo, de Lages, Distrito de Boa Vista, Campina Grande, Paraíba. Dissertação de Mestrado, Deptº de Engenharia Química da EPUSP (1983)
20. D.N.P.M - Relação da Diretoria, Boletim nº 131 - pág 38, MME, Rio de Janeiro, 1966.
21. EBERL, D. Reaction Series For Diotatedral Smectites-Clay and Minerals 46 (5) 327-340 (1978)
22. EMBRAPA - SNCLS. Manual de Métodos de Análise de Solo, Parte 2 Análises Químicas, Métodos 2.38 e 2.39.
23. FLEURY DA ROCHA, D.M. Argilas Bentoníticas de Boa Vista, Paraíba DNPM-MME-DF.PM, Relatório Preliminar (1966)
24. FONSECA, J.G. & MARTINS, G.A. Curso de Estatística Editora Atlas S.A. São Paulo 1981
25. FORMOSO, M.L.L. Alguns Aspectos Geológicos e Tecnológicos das Principais Ocorrências de Argilas no Rio Grande do Sul. *Cerâmica* 12 (47/48), 132 (1966)
26. FOSTER, M.D. The Importance of Exchangeable Magnesium and Cation Exchange Capacity in the Study of Montmorillonitic Clays. *Miner.* 36 (717), 730 (1951)
27. FOSTER, M.D. The Relation Between Illite. Beidellite and Montmorillonite Proceeding of 3rd. Conf. on Clay and Clays Minerals-NAS. Publ. 395, 205 (1951)
28. FOSTER, M.D. Geochemical Studies of Clay - Minerals:(II). The Relation Between Ionic Substitution and Swelling in Montmorillonites. *American Mineralogy* 38, 994 -1006 (1953)

29. FOSTER, M.D. The Relation Between Composition and Swelling in Clay Proceeding of Third National Conference on Clays and Clays Minerals 395, 205-220 (1955)
30. GABRYSH, W.F. et alii. Rheological Factors for Bentonite Suspensions Journal of the American Ceramic Society 46 (11) 523 (1963)
31. GREENE-KELLY, R. Irreversible Dehydration in Montmorillonite Clay Min Bull 1, 221-227 (1952)
32. GREENE-KELLY, R. Test for Montmorillonite Nature 170 1130 (1952)
33. GREENE-KELLY, R. The Identification of Montmorillonites in Clays Journal of Soil Science 4 (2) (1953)
34. GREENE-KELLY, R. Irreversible Dehydration in Montmorillonite - Clay Min Bull 2, 52-62 (1963)
35. GRIN, R.E. & KULBICKI, G. Montmorillonite: High Temperature Reactions and Classification. The American Mineralogist 46, 1329-1369 (1961)
36. GRIM, R.E. Applied Clay Mineralogy, Mc Graw-Hill Book Company Inc. (1962)
37. GRIM, R.E. & GUVEN, N. Bentonites Geology, Mineralogy, Properties and Uses - Elsevier Scientific Publishing Company (1968)
38. GRIN SHAW, R.W. The Chemistry and Physics of Clay - Ernest Benn Limited (1975)
39. GUVEN, N. Eletron - Optical investigations on Montmorillonites I Cheto, Compberteaux and Wyoming Montmorillonites - Clay and Clay Minerals 22, 155-165 (1974)

40. INQUE, A. & MINATO, H. Exchange Reaction and Interstratification in Montmorillonite - Clay and Clay Minerals 27 (8) 393-401 (1979)
41. KEREN, R. & SHAINBERG. Water vapor Isotherms and Heat of Immersion of Na and Ca. Montmorillonite Systems III Thermodynamics - Clay and Clay Minerals 28 (3), 204-210 (1980)
42. KERNS, R.L. Jr. & MANKIN, C.H.J. Structural Site Influence on the Interlayer Hydration of Expandable Three Sheet Clay Minerals - Clay and Clay Minerals. 16, 73-81 (1968)
43. KIMINAMI, R.H.G.A. & FERREIRA, H.C. Propriedades Reológicas das Argilas Montmoriloníticas do Distrito de Boa Vista, Campina Grande, Paraíba, Após Tratamento com Carbonato de Sódio e Cura em Câmara Climatizada, Visando sua Aplicação em Fluidos para Perfuração de Poços de Petróleo. Cerâmica 26 (131), 307 (1980)
44. KIMINAMI, R.H.G.A. & FERREIRA, H.C. Estudos Preliminares em Câmara Climatizada, visando a Otimização das Propriedades Reológicas de Argilas Montmoriloníticas ou Esmeclíticas do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Paraíba, Cerâmica 27 (133) 21 (1981-a)
45. KIMINAMI, R.H.G.A. & FERREIRA, H.C. Propriedades Reológicas das Argilas Montmoriloníticas ou Esmeclíticas do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Paraíba. Após Tratamento com Carbonato de Sódio e Cura (até 24h) em Câmara Climatizada, visando sua aplicação com fluidos Tixotrópicos para Perfuração de Poços de Petróleo - Cerâmica 27 (138), 225 (1981-b)
46. KIMINAMI, R.H.G.A. Efeito de Tratamento de Cura em algumas Propriedades Reológicas de Argilas Esmeclíticas de Boa Vista, visando sua Aplicação com Fluidos Tixotrópicos para perfuração de Poços de Petróleo. Disserta-

- ção de Mestrado. Dept<sup>o</sup> de Eng. Química UFPb-CCT(1981 c)
47. KOLTHOFF & SANDELLE. Text book of Quantitative Inorganic Analysis 3<sup>a</sup> edição 391-394, 703-717 (1967)
  48. LAHAV, N. & BRESLER, E. Exchangeable Cation Structural Parameter Relation - Shaps in Montmorillonite - Clay and Clay Minerals 21, 249-255 (1973)
  49. LEONARD, J.T. & HAZLETT, R.N. Rheology of Tixotropic Suspensions of Magnesium Montmorillonite - Ind. Eng. Chem. Fundamentals 5 (2), 233 (1968)
  50. LIRA FILHO, D.P. Perfil Analítico da Bentonita-DNPM-MME Bol. 4, Rio de Janeiro (1973)
  51. MAC EWAN, D.M.C. Montmorillonite Minerals - "The X-Ray, Identification and Crystal Structures of Clay Minerals" 2<sup>a</sup> Ed. p. 143. The Mineralogical Society London
  52. MENESES JÚNIOR, C.A. Método de Análise nº 88 DRN-Divisão de Geologia/SAN - SUDENE - Ministério do Interior
  53. MORO, S.L. & SANTINI, P.A. Análise Química e Outros Ensaaios Químicos Utilizando para o Estudo das Argilas. Cerâmica 12 (47/48), 203 (1966)
  54. OKAZARY, R. et alii. Development of a Cation Exchange Capacity Procedure With Few Inherent Errors-Soil Science, 93 (193) 343 (1961)
  55. ORMSBY, W.C. & DIAMOND, S. Effect of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  on the Flow Properties of Montmorillonite -Water Systems - Trans. J. Brit. Ceramic Soc. 65 (9), 535-556 (1966)
  56. PÁDUA, R. ARAÚJO, A. et alii. Estudo de Propriedades de Argilas Esmeclíticas de Campina Grande, Paraíba III. O Ensaio Greene-Kelly em Esmeclíticas de Diversas Cores das Localidades de Bravo, Lages e Juá. Cerâmica 27 (137), 197 (1981)

57. PEREIRA DE LIRA SOBRINHO, A.C. Bentonita Balanço Mineral Brasileiro. Dept<sup>o</sup> Nacional da Produção Mineral Brasileiro. Dept<sup>o</sup> Nacional da Produção Mineral. Vol. II (1980)
58. PETROBRÁS, Argila Ativada para água Doce. EE-78, Abril (1968)
59. PINTO, G.G. & PIMENTEL, E.C. Considerações Geoeconômicas sobre os Depósitos, Argilosos de Boa Vista, Paraíba-4<sup>o</sup> Distrito Nordeste DNPM/MME; Campina Grande, Paraíba, 1968
60. PRADO, L. et alii. Efeito do Tratamento Térmico (Secagem) Antes e Depois da Troca com Carbonato de Sódio sobre as Viscosidades de Suspensão Aquosas da Argila Esmeclítica (Montmorilonítica) de Cor Verde-Lodo de Boa Vista - Campina Grande, PB - Mineração e Metalurgia, 43 (418), 8 (1980)
61. QUEIRÓZ, M.F.V. et alii. Estudo de Algumas Propriedades Reológicas após cura em Câmara Úmida e climatizada de duas Argilas Esmeclíticas da localidade de Bravo, Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande - Cerâmica, 30 (170), 39-59 (1984)
62. QUEIRÓZ, M.F.V. Influência do Tratamento de Cura em Câmara Úmida e Climatizada nas Propriedades Reológicas e nos Teores de Carbonatos e Bicarbonatos das Argilas Esmeclíticas do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, PB. Dissertação de Mestrado - Dept<sup>o</sup> de Engenharia Química-CCT/UFPb (1985)
63. RAMOS, R.R. et alii. Influência de diversos Tratamentos de Cura nas Argilas Esmeclíticas do Distrito de Boa Vista - Campina Grande, PB, tendo em vista sua aplicação como fluido tixotrópico para perfuração de poços de petróleo. Cerâmica 30 (173), 117 (1984)
64. RODRIGUES, S. & SOUZA SANTOS, P. O Sistema Argila-Água-Cerâmica 24 (101), 253 (1978)

65. ROLLINS, M.B. & POOL, D.L. Measurement of Exchangeable Cations in Bentonites-Clay and Clay Minerals. 16, 165-172 (1968)
66. SALVATORE, D. Estatística Ecometria Mc Graw-Hill do Brasil São Paulo (1982)
67. SCHULTZ, L.G. Lithium and Potassium Absorption, Dehydroxilation Temperature and Structural Water Content of Aluminous Smectites Clay and Clay Minerals 17, 115-149 (1969)
68. SHAW, D.J. Estabilidade de Coloides-Introdução a Química dos Coloides e de Superfícies. Ed. da Universidade de São Paulo (1975)
69. SOLANO, L. et alii. Efeito de um pré tratamento térmico (temperatura de secagem na reação de troca Catiônica com Carbonato de Sódio em algumas propriedades de argilas esmectíticas (Montmoriloníticas) brasileiras. Anais do XII Congresso Internacional de processamento de Minerais, São Paulo, (1972)
70. SOLANO, L. & ZANDONADI, A.R. Propriedades Reológicas de Esmectitas Sódicas Obtidas a partir da Esmectitas Sódicas Obtidas a partir da Esmectita Policatiônica de Cor Verde Escura (Verde-Lodo), do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Paraíba. Efeito da Temperatura (1ª Parte) - Cerâmica 26 (122), 44 (1980)
71. SOLANO, L. & ZANDONADI, A.R. Propriedades Reológicas de Esmectitas Sódicas Obtidas a partir de Esmectitas Policatiônica de Cor Verde Escura (Verde-Lodo) do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Pb. Efeito da Temperatura (2ª Parte) - Cerâmica 26 (124), 73 (1980)
72. SOUZA SANTOS, P. & SANTINI, P. Ocorrência de Argilas Montmoriloníticas no Brasil. Cerâmica 11 (44); 36 (1965)

73. SOUZA SANTOS, H. Microscopia Eletrônica de Argilas Brasileiras Utilizadas na Indústria Cerâmica de São Paulo Cerâmica 12 (47/48), 173 (1966)
74. SOUZA SANTOS, P. Estudo Tecnológico de Argilas Montmoriloníticas do Distrito de Boa Vista, Município de Campina Grande, Paraíba - Tese para Concurso à Cátedra de Química Industrial, Deptº de Eng. Química, Escola Politécnica, São Paulo (1968)
75. SOUZA SANTOS, P. Tecnologia de Argilas. Editora Edgar Blücher Ltda. e Editora da USP, São Paulo; Vol. I e II (1975)
76. SOUZA SANTOS, P. Comunicação Verbal, (1982)
77. SOUZA SANTOS, H. & CAMPOS, T. W. Microscopia Eletrônica de Transmissão dos Argilominerais Presentes nas Argilas Esmectíticas de Boa Vista, Campina Grande, Paraíba - Cerâmica 25 (112), 87 (1979)
78. SOUZA SANTOS, H. et alii. Estudos de Propriedades de Argilas Esmectíticas (Montmoriloníticas) de Campina Grande, Paraíba I, Argilas de Diferentes Cores da Localidade de de Bravo - Cerâmica 26 (131), 337 (1980)
79. SOUZA SANTOS, H. et alii. Estudos de Propriedades de Argilas Esmectíticas em Campina Grande, Paraíba II. Morfologia de Esmectíticas de Diversas Cores das Localidades de Bravo, Lages e Juá. Cerâmica 27 (134), 81 (1981)
80. SPENCE, H. S. Bentonite, Canada Depart. of Mines paper nº 626 (1924)
81. STEFAN, P. Métodos de Ensaio de Argilas e Bentonitas para Fluidos de Perfuração - Cerâmica 12 (47/48), 226 (1966)

82. STEFAN, P. Uso de Bentonitas e Argilas em Fluidos de Perfuração-Critérios de Avaliação e Comportamento-Boletim Téc. PETROBRÁS, Rio de Janeiro, 23 (4) 361 - 368 (1980)
83. TETTENHORST, R. Cation Migration in Montmorillonites- The American Mineralogist 47, 769-773 (1962)
84. VAN OLPHEN, H. An Introduction to Clay Colloid Chemistry, 2nd. Ed. A. Willey. Interscience Publication(1975)
85. WORRALL, W.E. Clay and Ceramic Raw Materials - Chapter 5. Applied Science Publishers Ltd London, 1975
86. ZANDONADI, A.R. Estudos Preliminares sobre as Argilas Verdes de Sacramento como Agentes Tixotrópicos para Fluidos de Perfuração de Poços. Cerâmica 12 (47/48), 43 (1966)
87. ZANDONADI, A.R. et alii. Ensaio Preliminares de Laboratórios de Argilas Montmoriloníticas visando a Utilização Industrial. Cerâmica 16 (64), 263-303 (1970).
88. ZANDONADI, A.R. Estudo Tecnológico de Argilas Montmoriloníticas Brasileiras-Tese de Doutorado, Inst. de Química, Universidade de São Paulo, S.P. (1972)
89. ZANDONADI, A.R. Estudos Recentes de Argilas Montmoriloníticas Realizadas no Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo S/A IPT-Cerâmica 20 (77), 77(1974)
90. ZANDONADI, A.R. & SOUZA SANTOS, P. Propriedades Reológicas de Montmorilonitas ou Esmectitas Brasileiras - Cerâmica 24 (106), 335 (1978)



## APÉNDICES

**APÊNDICE I**

MÉTODOS VOLUMÉTRICOS COM TITULAÇÃO PELO ÁCIDO SULFÚRICO  
PARA A DETERMINAÇÃO DOS TEORES DE CARBONATO E BICARBO  
NATO EM SOLOS

(EMBRAPA-Métodos 2.38 e 2.39)

noftaleína em 100 ml de álcool etílico a 60%;

. ácido sulfúrico 0,02N: preparar a partir de solução normal ou decimal de  $H_2SO_4$ .

### BICARBONATOS NO EXTRATO DE SATURAÇÃO

Método volumétrico com titulação pelo ácido sulfúrico:

- . após a titulação dos carbonatos, adicionar 3 gotas do indicador metil-orange e continuar a adição do ácido sulfúrico 0,02N contido na bureta, até viragem de cor rósea para alaranjada;
- . utilizar uma prova em branco, ou seja o total usado com a fenolftaleína e com o metil-orange;
- . calcular o teor de  $\text{CO}_3\text{H}^-$  no extrato pela seguinte expressão:  
(ml total gastos - ml gastos com fenolftaleína x 2 )  
x 50/ml da alíquota de extrato = meq de  $\text{CO}_3\text{H}^-$  por litro no extrato.

OBS: esta mesma alíquota pode ser usada para determinação dos cloretos.

Preparação de Soluções:

- . indicador metil-orange 0,01%: pesar 0,01 do indicador, dissolver em água destilada e completar o volume para 100 ml;
- . Solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,02N: preparada a partir de solução normal ou decimal do ácido.