

ESTUDO DAS PROPRIEDADES TIXOTRÓPICAS EM ARGILAS ESMECTÍICAS DA MINA ALTO BONITO-TRINDADE-PE.

O. S. Baraúna¹, A. L. Cabral², E. C. Santos¹, P.S. Santos³

1 - Fundação Instituto Tecnológico do Estado de Pernambuco - Dept^o de Química e Biotecnologia - Laboratório de Ensaio e Análises Inorgânicas - Av. Prof. Luís Freire - 700 Cidade Universitária - Recife - PE CEP 50740-540 - osmar@itcp.br

2 - Departamento de Engenharia Química - Universidade Federal de Pernambuco, Rua Acadêmico Hélio Ramos, s/n. Cidade Universitária, CEP 50.440-530, Recife-PE.

3 - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - Laboratório de Matérias-Primas Particuladas e Sólidos Não-Metálicos - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - wsmaia@yahoo.com

RESUMO

Os estudos foram realizados com argilas do capeamento da camada de gipsita da mina Alto Bonito, localizada no município de Trindade-PE, do Membro Romualdo da Formação Santana (bacia sedimentar do Araripe). Pesquisas mineralógicas embasadas na técnica de difratometria de raios X e ensaios tecnológicos preliminares, indicaram que as argilas são bentonitas (constituídas principalmente por argilo-minerais do grupo das esmectitas), cujo cátion trocável predominantemente é o cálcio. Mediante tratamento com sais de sódio, essas argilas, podem desenvolver propriedades tecnológicas que as credenciam como agentes tixotrópicos de fluidos de perfuração de poços de petróleo. O objetivo do presente estudo foi o de identificar um procedimento experimental que permitisse o desenvolvimento de tais propriedades nas argilas esmectíticas da mina Alto Bonito. Aumentos discretos da viscosidade plástica foram alcançados mediante moagem em moinho de bolas das argilas com carbonato de sódio em pó. Os tratamentos foram realizados variando-se os fatores concentração, tempo de moagem e tempo de contato, em dois níveis. O melhor valor para a viscosidade plástica foi obtido quando as argilas foram tratadas na condição experimental onde os maiores níveis de fatores foram considerados. Com os resultados obtidos não foi possível ativar adequadamente a argila para uso como agente tixotrópico de fluido de perfuração, entretanto os aumentos de viscosidade sinalizam essa possibilidade em outras condições experimentais.

PALAVRAS-CHAVE: argila, esmectita, bentonita, tixotropia

1. INTRODUÇÃO

As argilas esmectíticas, cujo cátion trocável principal é o sódio, são extensivamente utilizadas como agentes viscosificantes em fluidos de perfuração de poços de petróleo por serem as únicas a apresentar tixotropia (transformação sol-gel reversível em temperaturas ambientes) em baixas concentrações aquosas. As argilas objeto de estudo são encontradas em espessas camadas sobrepostas ao horizonte de gipsita da Bacia Sedimentar do Araripe. Correspondem, estratigraficamente, ao Membro Romualdo da Formação Santana (Beurlen, 1962). Foram inicialmente estudadas sob o enfoque tecnológico por Araujo *et al.* (1979) e consideradas potencialmente capazes de desenvolver, mediante tratamento com carbonato de sódio, propriedades tecnológicas que as credenciarão como agente tixotrópico de fluido de perfuração de poços de petróleo, segundo estudos tecnológicos preliminares desenvolvidos por Baraúna (1991) e Baraúna e Araújo (1994).

Existe uma forte expectativa de ampliação da pesquisa petrolífera nas bacias sedimentares brasileiras com um conseqüente aumento da metragem perfurada de poços de petróleo. Essa possibilidade está sendo induzida pela privatização do segmento de pesquisa geológica da PETROBRÁS concretizada pela recente criação, pelo Conselho Nacional do Petróleo, da Agência Nacional do Petróleo que responde pelo gerenciamento e fomento da pesquisa petrolífera no País, promovendo abertura para a iniciativa privada. Essa situação concorrerá para um subseqüente aumento de consumo da argila esmectítica sódica utilizada como agente tixotrópico de fluido de perfuração de poços de petróleo à base de água. Por outro lado, o Pólo Gessceiro do Araripe, responsável por cerca de 90% da produção nacional de gipsita e seus derivados, necessita encontrar alternativas industriais para as argilas que capeiam esse minério, pois, para cada tonelada de gipsita produzida se faz necessário remover e descartar aproximadamente 500 kg de argila.

A utilização de parte dessas argilas em um processo industrial criaria um novo fluxo de caixa para as empresas mineradoras da região, o que contribuiria para o fortalecimento da economia local, sem se levar em conta o investimento em plantas de beneficiamento dessas argilas, que, certamente, seriam localizadas no Araripe.

Assim, pretende-se desenvolver um processo de beneficiamento das argilas do Araripe, que as torne tixotrópicas, adequadas ao uso em fluido de perfuração de poços de petróleo à base de água.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

As argilas esmectíticas da mina de gipsita Alto Bonito compreenderam o material estudado. A preparação preliminar das amostras, como é de esperar, está intrinsecamente relacionada ao planeamento que objetivou a prospecção mineral. Visando a um melhor entendimento, no que se refere à metodologia adotada para a composição das amostras coletadas na fase de *preparação das amostras*, é transcrito o procedimento que norteou a fase de *estudos geológicos*.

Na frente-de-lavra da mina Alto Bonito foi estabelecido um perfil vertical, tendo coletado amostras de argilas pontuais obedecendo ao caráter de variação textural e de cor. Com as amostras pontuais foi preparada uma amostra composta obtida a partir de proporções ponderais das amostras pontuais.

A preparação das argilas para ensaios tecnológicos compreendeu as seguintes operações: quartejamento, britagem, secagem e moagem.

Quartejamento : a preparação das amostras seguiu as recomendações de *homogeneização de argilas por quartejamento para formação de amostra*, sugeridas por Souza Santos (1989).

Secagem : as argilas recebidas do campo foram secas ao ar e, posteriormente, em estufa com circulação de ar a uma temperatura de 70° C, visando acelerar e intensificar o processo de retirada da água de hidratação superficial.

Britagem : as amostras depois de secas em estufa com circulação de ar foram fragmentadas e britadas em um britador de mandíbulas até a menor abertura possível.

Moagem : após a passagem das amostras no britador de mandíbulas, estas foram passadas num moinho de disco, até cominuição máxima e passagem total em peneira ABNT 80 mesh.

Uma amostra de argila esmectítica comercial (bentonita) utilizada com agente tixotrópico de fluido de perfuração de poço de petróleo, foi utilizada como referência para a verificação das viscosidades plásticas obtidas com as argilas da mina Alto Bonito, antes e após tratamento com carbonato de sódio.

Foi utilizado carbonato de sódio anidro P.A. no tratamento das argilas.

2.2. Procedimento Experimental e Tratamentos Utilizados

A metodologia adotada visando os objetivos propostos constou, basicamente, da realização de uma bateria de ensaios em escala de bancada utilizando equipamentos convencionais. Os trabalhos que visaram a definição dos parâmetros tecnológicos das argilas esmectíticas foram desenvolvidos conforme procedimento a seguir:

- Tratamento Preliminar das Amostras (quartejamento, secagem a 70°C, moagem em moinho de discos, peneiramento em malha 0,177 mm e 0,075 mm);
- Troca iônica por sódio usando carbonato de sódio;
- Diálise objetivando a remoção de solutos iônicos;
- Determinação das viscosidades plásticas antes e após diálise.

A avaliação dos resultados foi realizada através de gerenciamento estatístico dos dados.

Tratamento preliminar das amostras: As amostras, objeto de estudo, foram quarteadas conforme a metodologia sugerida por Souza Santos (1989). Aproximadamente 50% do volume individual das amostras compostas, estudadas em laboratório, preparadas conforme método acima mencionado, foram secas em estufa com circulação de ar a uma temperatura de 70° C, com a finalidade de eliminar a possível umidade residual.

As amostras quarteadas, secas a 70° C e homogeneizadas, geradas na operação antecedente, foram submetidas a uma cominuição em moinho de discos até granulometria inferior a 0,177 mm (peneira ABNT nº 80) e compostas em uma única amostra.

Determinação das viscosidades: O tratamento com carbonato de sódio pode acarretar, para algumas argilas esmectíticas, redução do valor da viscosidade plástica por presença residual de sal. Com o intuito de verificar essa possibilidade, as argilas tratadas preliminarmente, foram tratadas com carbonato de sódio e, posteriormente, as suas soluções aquosas

submetidas a diálises. Atendendo recomendações de Souza Santos (1989), foram considerados como fatores fixos, relativos ao processo de troca por sódio: a granulometria das argilas (# 80 mesh) e a proporção de carbonato de sódio, que foi de 100 meq/100 g de argila seca (a umidade da argila deve ser determinada por ensaio prévio a uma temperatura de 300 °C). O tempo de contato argila/solução de sal variou de 1, 7 e 15 dias. Em seguida as amostras foram secas a 100 °C e passadas totalmente em peneira ABNT nº 200 (0,075 mm). Com as argilas peneiradas, foram preparadas soluções aquosas com 4,86% de argila. A diálise foi realizada imergindo-se as soluções de argila tratadas com sal, acondicionadas em sacos de celofane, em dez litros de água deionizada. O volume total de água foi substituído a cada dois dias para evitar saturação. Foram feitas leituras das viscosidades plásticas antes e após diálise.

Como procedimento para a leitura das viscosidades plásticas, as soluções aquosas de argilas previamente tratadas com carbonato de sódio foram homogêneas por 20 minutos, ficando em repouso por 24 horas. Após esse tempo, a dispersão foi submetida à homogeneização em agitador mecânico por 5 minutos; as viscosidades plásticas foram medidas em viscosímetro Fann modelo 35-A, a 600 RPM e 300 RPM, em atenção às recomendações da PETROBRAS (1998) e API (1976). Os valores das viscosidades plásticas encontradas estão expressos em centipoises (cP). Os resultados obtidos encontram-se sumarizados na Tabela I.

Tabela I – Resultados da viscosidade plástica de soluções aquosas da argila tratada com carbonato de sódio, antes e depois da diálise.

TEMPO DE CONTATO	VISCOSIDADE PLÁSTICA (cP)	
	ANTES DA DIÁLISE	APÓS A DIÁLISE
1 DIA	2,00	2,00
7 DIAS	2,00	2,00
15 DIAS	2,00	2,00

Como não foi verificada variação nos valores das viscosidades plásticas, foi dado prosseguimento aos estudos, estabelecendo-se um planejamento fatorial de três fatores e dois níveis com o intuito de verificar-se a influência dos mesmos no desenvolvimento da viscosidade (Barros Neto *et al.*, 1995).

Como fatores variáveis foram considerados: tempo de moagem da argila juntamente com o carbonato de sódio, em moinho de bolas (t_m); tempo de contato argila/carbonato de sódio em pó (t_c); e a concentração do carbonato de sódio (C). O número de experimentos a realizar foi o total de todas as possíveis combinações entre fatores e níveis. A variância e, conseqüentemente, o grau de significância dos efeitos foram estimados a partir de repetições genuínas de alguns experimentos. Os níveis selecionados para cada fator e um esquema de planejamento estão apresentados na Tabela II.

Tabela II - Definição do número de experimentos, objetivando determinar a viscosidade (variável dependente) com base nos níveis dos fatores tempo de moagem, tempo de contato e concentração (variáveis independentes).

FATOR	NÍVEL DO FATOR							
	$t_m1 = 15 \text{ min}$				$t_m2 = 45 \text{ min}$			
Tempo de contato (t_c)	$t_c1 = 10 \text{ dias}$		$t_c2 = 30 \text{ dias}$		$t_c1 = 10 \text{ dias}$		$t_c2 = 30 \text{ dias}$	
Concentração em meq/100 g de argila (C)	C1=100	C2=300	C1=100	C2=300	C1=100	C2=300	C1=100	C2=300
Experimentos	$t_m1 \ t_c1$ C1	$t_m1 \ t_c1$ C2	$t_m1 \ t_c2$ C1	$t_m1 \ t_c2$ C2	$t_m2 \ t_c1$ C1	$t_m2 \ t_c1$ C2	$t_m2 \ t_c2$ C1	$t_m2 \ t_c2$ C2

A argila moída e passada preliminarmente em peneira ABNT nº 80, foi moída novamente em moinho de bolas juntamente com carbonato de sódio em pó obedecendo as concentrações tempos de moagem e tempos de repouso verificadas na Tabela II. Após essa etapa cada alíquota foi dispersa em água destilada, na concentração de 4,86 % de argila (tratada com carbonato de sódio). As soluções assim formadas foram homogêneas por 20 minutos, ficando em repouso por 24 horas. Após esse tempo, as dispersões foram submetidas à homogeneização em agitador automático por 5 minutos; as viscosidades aparente e plástica foram medidas em viscosímetro Fann modelo 35-A, a 600 RPM e 300 RPM, em atenção às recomendações da PETROBRAS (1998) e API (1976). Os valores das viscosidades plásticas encontrados, estão expressos em centipoises (cP) na Tabela II.

Tabela III - Resultados da viscosidade plástica de soluções aquosas contendo 4.86% da argila atacada por carbonato de sódio.

- 1 - Tempo de moagem (minutos): $t_{m1} = 15$; $t_{m2} = 45$
 2 - Tempo de contato (dias): $t_{c1} = 10$; $t_{c2} = 30$
 3 - Concentração (meq/100 g de argila): $C1 = 100$; $C2 = 300$

Ensaio	1	2	3	Viscosidade Plástica		Média
1	15	10	100	2,00	2,00	2,00
2	15	10	300	2,00	2,50	2,25
3	15	30	100	2,00	2,00	2,00
4	15	30	300	2,50	2,00	2,25
5	45	10	100	2,00	2,00	2,00
6	45	10	300	2,50	2,00	2,25
7	45	30	100	2,00	2,00	2,00
8	45	30	300	2,50	2,50	2,50

Obs.: Viscosidade plástica da argila sem tratamento (solução a 4,8%): 1,5 cP

Viscosidade plástica da argila comercial (solução a 4,8%): 4,00 cP

O melhor valor para a viscosidade plástica foi obtido no experimento 8 quando as argilas foram tratadas na condição experimental onde os maiores níveis de fatores foram considerados.

A alíquota de argila referente ao experimento 8, para cujo tratamento foram considerados os maiores níveis de fatores e obtido o melhor resultado para a viscosidade plástica, proporcionou um aumento dessa viscosidade, de 2,5 cP para 3,0 cP, a partir de solução aquosa preparada com concentração de 6,4% de argila.

3. ANÁLISE DOS DADOS

Tabela IV - Efeitos calculados para o planejamento da Tabela III

Média	2,156 ± 0,054
Efeitos principais	
1 (Tempo de moagem)	0,0625 ± 0,108
2 (Tempo de contato)	0,0625 ± 0,108
3 (Concentração)	0,3125 ± 0,108
Interação dos fatores	
12	0,0625 ± 0,108
13	0,0625 ± 0,108
23	0,0625 ± 0,108
123	0,0625 ± 0,108

O intervalo com 95% de confiança para cada efeito é calculado multiplicando-se o erro padrão (0,108) pelo valor tabelado da distribuição t-Student com 8 graus de liberdade (2,306), resultando no valor de 0,2491. São considerados estatisticamente significativos os efeitos cujos valores absolutos excedem este número. Assim, nos níveis estudados, apenas a variável concentração apresenta um efeito significativo.

4. CONCLUSÕES

Não houve interação dos fatores tempo de moagem, tempo de contato e concentração. O fator concentração influenciou a viscosidade plástica quando o valor correspondeu ao nível máximo admitido de 300 meq/100 g de argila. Os demais fatores não tiveram influência isolada sobre a viscosidade plástica.

O aumento de viscosidade alcançado está aquém do necessário para atender à especificação de uso em fluidos de perfuração, devendo ser a argila posteriormente estudada em outras condições de ativação para sua melhor avaliação.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- API – Recommended practice: standard fields procedure for testing drilling fluids ACI-RP 13B. 6ª ed. (Atualizada API-RP 29. 4ª ed. maio 1957). American Petroleum Institute. Dallas, Texas. EUA.1976.
- Araújo, A.P.R.; Baraúna, O.S.; Mota, E.F. Estudo de argilas montmoriloníticas do Nordeste. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 23, Salvador, 1979. Resumo dos trabalhos técnicos, 1979. p. 13.
- Baraúna, O. S. **Estudo das argilas que recobrem as camadas de gipsita da Bacia Sedimentar do Araripe**. Recife, 1991. 172 p. Dissertação (Mestrado), UFPE, Centro de Tecnologia, 1991.
- Baraúna O.S.; Araújo, A.P.R.: Caracterização de argilas da Formação Santana (Bacia Sedimentar do Araripe – PE, como agente descorante de óleo vegetal (soja). 38º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Anais. v. 1. Junho de 1994 – Blumenau - Santa Catarina.
- Barros Neto, B., Scarminio, I. S., Bruns, R.E. Planejamento e otimização de experimentos. Campinas – SP. Editora da UNICAMP, Campinas, 1995.
- Beurlen, K. O. Geologia da Chapada do Araripe. **Academia Brasileira de Ciências**. Rio de Janeiro, v.34, n.3, p. 365-370, 1962.
- PETROBRÁS. Ensaio de viscosificante para fluidos base água na exploração e produção de petróleo. Rio de Janeiro 1998 (métodos N-2604 e N-2605);_
- Souza Santos, P. Ciência e tecnologia de argilas. 2 ed. Edgard Blucher, São Paulo, 1989.