

## ESTUDO DAS PROPRIEDADES REOLÓGICAS DE DISPERSÕES DE ARGILAS BENTONÍTIAS PURIFICADAS POR HIDROCIKLONAGEM E SECAS EM ESTUFA

V. C. Marques<sup>1,2</sup>, H. C. Silva<sup>1</sup>, A. M. T. Rodrigues<sup>1</sup>, D. D. S. da Silva<sup>1</sup>, R. P. S. Dutra<sup>1</sup>, H. S. Ferreira<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal da Paraíba, Campus I, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia de Materiais, João Pessoa, PB CEP: 58051-900

<sup>2</sup>veronicacavalcante87@hotmail.com

### RESUMO

*As bentonitas de Boa Vista – PB são utilizadas na produção de fluidos de perfuração de poços de petróleo. Porém, as argilas disponíveis apresentam elevado percentual de elementos contaminantes, os quais influem negativamente nas propriedades reológicas de tais fluidos. O presente trabalho propõe purificar dispersões dessas argilas pelo processo de hidrociclonação e secagem em estufa, visando otimizar as propriedades reológicas e potencializar a utilização tecnológica dessas argilas em fluidos aquosos de perfuração de poços de petróleo. Assim, preparou-se dispersões de oito composições com as argilas Bofe, Chocolate, Verde-Lodo, Chocobofe e Sortida e a partir de 4% em massa de argila para serem purificadas por hidrociclonação. Os purificados foram secos em estufa a 60 °C, com posterior moagem em moinho de discos. Dos resultados obtidos, observa-se melhoria das propriedades reológicas, com aumento de VP e VA e diminuição de VF. No entanto, estes dois últimos não atingiram os valores normatizados.*

Palavras-chave: bentonita, misturas, hidrociclonação, estufa.

### INTRODUÇÃO

A exploração desordenada ao longo dos anos das argilas bentoníticas do município de Boa Vista – PB teve como consequência o esgotamento das variedades nobres. Assim, o que existe atualmente são argilas com comportamento

reológico que não atendem as especificações da Petrobras para fluidos aquosos de perfuração de poços de petróleo devido à presença de elementos contaminantes, principalmente quartzo. Portanto, busca-se por um meio eficiente de purificá-las. Assim, propõe-se o uso de um hidrociclone para a purificação de argilas naturais em escala industrial como alternativa eficiente e de custo acessível, por meio do qual se separa as frações mais grosseiras das frações mais finas, constituídas do argilomineral <sup>(1)</sup>.

Hidrociclones constituem uma classe importante de equipamentos destinados a separação de suspensões sólido-líquido ou líquido-líquido. O princípio de separação é a sedimentação centrífuga, em que as partículas em suspensão são submetidas a um campo centrífugo que provoca sua separação do fluido <sup>(2, 3)</sup>.

Nos casos em que o material hidrociclonado precisa voltar à forma de pó, faz-se necessária a etapa de secagem, a qual, é uma operação unitária de retirada de água de um produto por evaporação ou sublimação, mediante aplicação de calor sob condições controladas <sup>(4)</sup>.

O presente trabalho teve por objetivo a purificação de misturas de argilas bentoníticas pouco nobres por meio do processo de hidrociclonagem, e posterior secagem em estufa, visando otimizar as propriedades reológicas das dispersões de modo a obterem-se fluidos de perfuração que atendam as exigências normativas.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Materiais

Utilizaram-se cinco amostras de bentonitas policatiônicas provenientes da Mina Juá II, Boa Vista – Paraíba, denominadas de Bofe, Chocolate, Verde-Lodo, Chocobofe e Sortida, gentilmente cedidas pela Bentonit União Nordeste (BUN). Utilizou-se também o aditivo primário carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), cedido pela BUN.

### Métodos

As amostras foram secas em estufa a 60 °C por cerca de 3 dias. Em seguida foram trituradas em britador de mandíbulas e moídas em moinho de discos da marca Marconi, modelo MA 700.

As amostras para o processo de hidrociclonagem foram peneiradas em peneira ABNT nº 16 (1,18 mm).

### Purificação por Hidrociclonagem

Para o processo de hidrociclonagem utilizou-se as misturas obtidas em estudos realizados anteriormente <sup>(5)</sup>. As composições estão reportadas na Tabela 1.

Tabela 1. Composição das misturas purificadas por hidrociclonagem

Mistura	Aditivção (meq de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> /100 g de argila)	Argilas	Proporções (%)	
M1	100	Bofe	18,00	
		Verde	53,30	
		Chocobofe	28,70	
M2	100	Verde	55,46	
		Chocobofe	44,54	
M3	100	Verde	55,00	
		Chocobofe	42,87	
		Sortida	2,13	
M4	125	Bofe	8,40	
		Chocolate	22,50	
		Verde	69,10	
M5	125	Bofe	30,30	
		Verde	51,70	
		Chocobofe	18,00	
M6	125	Bofe	36,00	
		Verde	50,30	
		Sortida	13,70	
M7	125	Chocolate	4,75	
		Verde	55,25	
		Sortida	40,00	
M8	125	Verde	52,30	
		Chocobofe	9,70	
		Sortida	38,00	

O hidrociclone utilizado é o de modelo RWK 42L da Netzsch AKW. O corpo do hidrociclone apresenta diâmetro externo de 35 mm e interno de 20 mm, sendo composto de três diâmetros de ápex e dois de vórtex com as dimensões indicadas na Tabela 2.

Tabela 2. Dimensões de ápex e vórtex do hidrociclone

Saídas	Vórtex		Ápex		
Nomenclatura	A	B	1	2	3
Diâmetro interno (mm)	5	6	4	3	5

Assim, pode assumir qualquer uma das seis possíveis combinações. No entanto, no presente trabalho as hidrociclonagens foram realizadas apenas com as configurações A1 e A3 <sup>(1, 6)</sup>.

As dispersões para o processo de hidrociclonagem foram preparadas a partir de 4 % em massa de argila seca e a água destilada foi previamente aquecida a 80 °C <sup>(7)</sup> para facilitar a troca catiônica. As dispersões permaneceram em agitação a 2000 rpm por 24 horas em dispersor de 5 kW. Ao final da agitação passou-se para a hidrociclonagem, a qual ocorreu em apenas um ciclo e a uma pressão de 3 bar.

Após o processo de hidrociclonagem, os purificados foram secos em estufa.

### Secagem em Estufa

Para a secagem em estufa utilizou-se uma estufa com circulação e renovação de ar da marca Solab, modelo SL102/480, ajustada para uma temperatura de 60 °C, uma vez que a secagem acima dessa temperatura acarreta na perda das propriedades tixotrópicas das argilas.

Uma vez secas, as amostras foram moídas em moinho de discos da marca Marconi, modelo MA700, com máxima aproximação dos discos, esperando que tal procedimento fosse suficiente para desagregação do material. Em seguida, realizou-se novos estudos reológicos com as amostras purificadas.

### Análise Granulométrica por Difração à Laser

As dispersões foram agitadas em agitador Marconi, modelo MA147 a velocidade de 20.000 rpm por 5 min. Em seguida, foram colocadas em um equipamento CILAS modelo 1064, em modo úmido até atingir a concentração de 180 unidades de difração/área de incidência.

### Preparo das Dispersões

Para preparo dos fluidos utilizou-se um agitador da marca Marconi, modelo MA147 e seguiu-se o padrão EP-1EP-00011-A da Petrobras <sup>(8)</sup>. A água destilada foi previamente aquecida a 80 °C <sup>(7)</sup> para facilitar a troca catiônica.

Após os primeiros 5 minutos de agitação, as dispersões foram aditivadas com carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) nas proporções indicadas na Tabela 1, sendo a concentração de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> de 0,2 g/mL.

### Estudo Reológico

O estudo reológico das misturas foi realizado segundo o padrão EP-1EP-00011-A da Petrobras <sup>(8)</sup>, sendo determinadas as viscosidades aparente (VA) e plástica (VP) em viscosímetro Fann modelo 35A e o volume de filtrado (VF) em filtro prensa da marca Fann.

A Petrobras padroniza <sup>(8)</sup> requisitos para os valores dessas propriedades, em que os valores de VA e VP para fluidos hidroargilosos devem ser de no mínimo 15 cP e 4 cP, respectivamente. Já o valor para o VF deve ser de no máximo 18 mL.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir são apresentados os resultados de AG realizadas nos purificados obtidos por hidrociclonagem e secos em estufa.

As amostras estão codificadas segundo o formato: mistura, a qual tem a composição indicada na Tabela 1, configuração do hidrociclone, indicada na Tabela 2, que a amostra trata-se do purificado (P) e que este foi seco em estufa (Estufa). Como exemplo tem,

M1\_A1\_P\_Estufa: a amostra é o purificado (P) da mistura 1 (M1), a qual passou pela configuração A1 do hidrociclone e foi seco em estufa.

### Caracterização de Análise Granulométrica por Difração à Laser dos Purificados Obtidos por Hidrociclonagem e Secos em Estufa

Através da Figura 1 é possível inferir que todas as amostras apresentam curva de distribuição de partículas monomodal. Os diâmetros médio e a 50 % são, respectivamente, 3,80  $\mu\text{m}$  e 3,28  $\mu\text{m}$  para M1\_A1\_P\_Estufa, 4,08  $\mu\text{m}$  e 3,46  $\mu\text{m}$  para M2\_A1\_P\_Estufa, 3,58  $\mu\text{m}$  e 3,08  $\mu\text{m}$  para M3\_A1\_P\_Estufa, 4,16  $\mu\text{m}$  e 3,51  $\mu\text{m}$  para M4\_A1\_P\_Estufa. Ainda é possível observar que a porcentagem da massa acumulada que apresenta diâmetro médio equivalente abaixo de 2  $\mu\text{m}$ , que corresponde à fração argila, é de 27,73 % para M1\_A1\_P\_Estufa, 27,12 % para M2\_A1\_P\_Estufa, 30,89 % para M3\_A1\_P\_Estufa e 26,57 % para M4\_A1\_P\_Estufa.

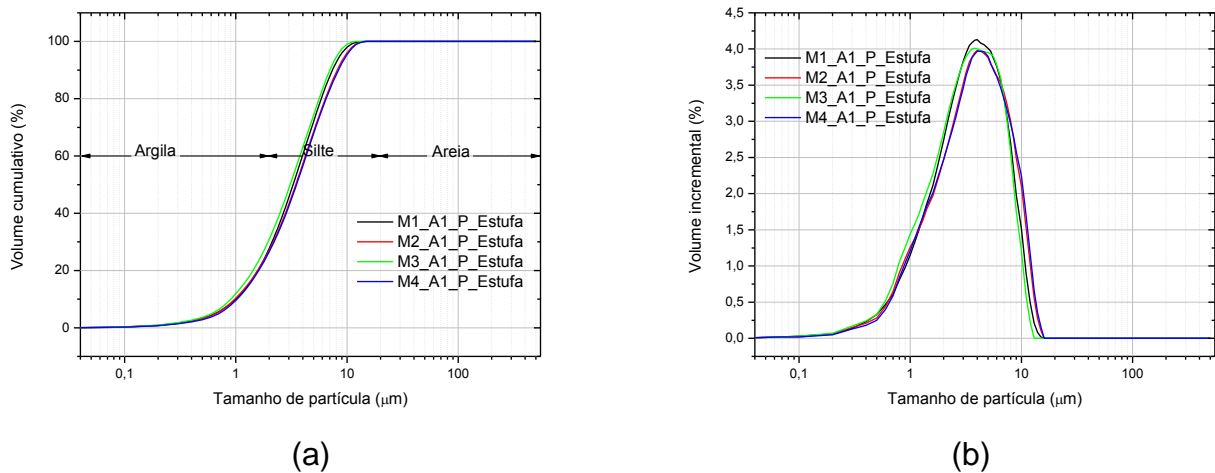


Figura 1. Granulometria dos purificados das misturas M1, M2, M3 e M4 na configuração A1 do hidrociclone. (a) volume acumulado e (b) histograma

Através da Figura 2 observa-se que todas as amostras apresentam curva de distribuição de partículas monomodal. Ainda é possível inferir que os diâmetros médio e a 50 % são, respectivamente, 3,58 µm e 3,08 µm para M5\_A1\_P\_Estufa, 4,05 µm e 3,42 µm para M6\_A1\_P\_Estufa, 3,53 µm e 3,04 µm para M7\_A1\_P\_Estufa, 4,30 µm e 3,62 µm para M8\_A1\_P\_Estufa. Ainda é possível observar que a porcentagem da massa acumulada que apresenta diâmetro médio equivalente abaixo de 2 µm, que corresponde à fração argila, é de 30,20 % para M5\_A1\_P\_Estufa, 26,97 % para M6\_A1\_P\_Estufa, 31,03 % para M7\_A1\_P\_Estufa e 25,52 % para M8\_A1\_P\_Estufa.

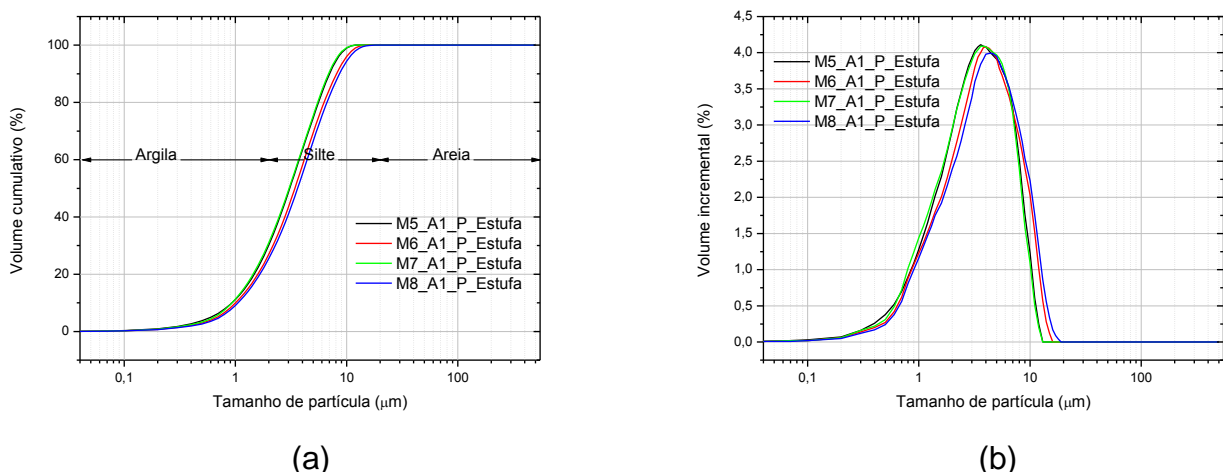


Figura 2. Granulometria dos purificados das misturas M5, M6, M7 e M8 na configuração A1 do hidrociclone. (a) volume acumulado e (b) histograma

Através da Figura 3 observa-se que todas as amostras apresentam curva de distribuição de partículas monomodal. Ainda é possível inferir que os diâmetros

médio e a 50 % são, respectivamente, 3,90  $\mu\text{m}$  e 3,31  $\mu\text{m}$  para M1\_A3\_P\_Estufa, 3,73  $\mu\text{m}$  e 3,17  $\mu\text{m}$  para M2\_A3\_P\_Estufa, 3,45  $\mu\text{m}$  e 2,96  $\mu\text{m}$  para M3\_A3\_P\_Estufa, 4,08  $\mu\text{m}$  e 3,43  $\mu\text{m}$  para M4\_A3\_P\_Estufa. Ainda é possível observar que a porcentagem da massa acumulada que apresenta diâmetro médio equivalente abaixo de 2  $\mu\text{m}$ , que corresponde à fração argila, é de 27,82 % para M1\_A3\_P\_Estufa, 29,33 % para M2\_A3\_P\_Estufa, 31,95 % para M3\_A3\_P\_Estufa e 27,70 % para M4\_A3\_P\_Estufa.

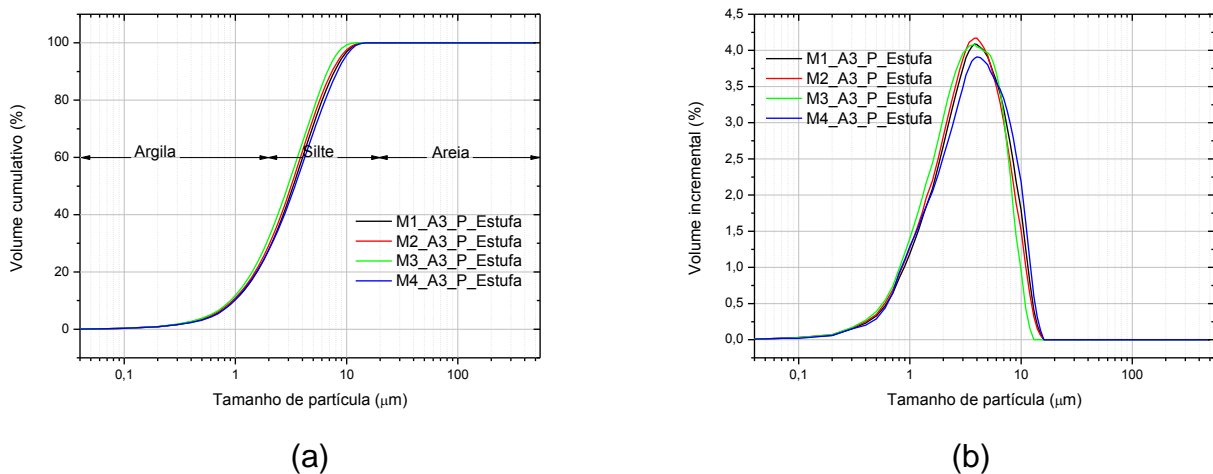


Figura 3. Granulometria dos purificados das misturas M1, M2, M3 e M4 na configuração A3 do hidrociclone. (a) volume acumulado e (b) histograma

Através da Figura 4 observa-se que todas as amostras apresentam curva de distribuição de partículas monomodal. Ainda é possível inferir que os diâmetros médio e a 50 % são, respectivamente, 3,83  $\mu\text{m}$  e 3,29  $\mu\text{m}$  para M5\_A3\_P\_Estufa, 3,79  $\mu\text{m}$  e 3,27  $\mu\text{m}$  para M6\_A3\_P\_Estufa, 3,59  $\mu\text{m}$  e 3,11  $\mu\text{m}$  para M7\_A3\_P\_Estufa, 3,84  $\mu\text{m}$  e 3,28  $\mu\text{m}$  para M8\_A3\_P\_Estufa. Ainda é possível observar que a porcentagem da massa acumulada que apresenta diâmetro médio equivalente abaixo de 2  $\mu\text{m}$ , que corresponde à fração argila, é de 27,93 % para M5\_A3\_P\_Estufa, 28,12 % para M6\_A3\_P\_Estufa, 30,35 % para M7\_A3\_P\_Estufa e 28,81 % para M8\_A3\_P\_Estufa.

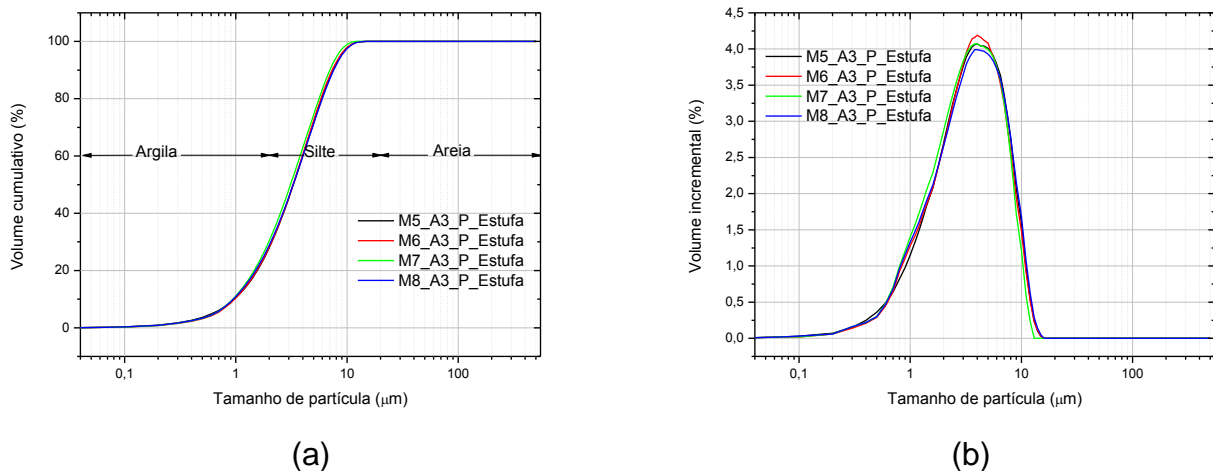


Figura 4. Granulometria dos purificados das misturas M5, M6, M7 e M8 na configuração A3 do hidrociclone. (a) volume acumulado e (b) histograma

Através dos resultados é possível inferir que a moagem realizada em moinho de discos com máxima aproximação dos discos nas amostras secas em estufa, proporcionou partículas com pequenos diâmetros.

#### Estudo Reológico com as Amostras Purificadas

Nas figuras a seguir são apresentados os resultados de reologia para as amostras sem passar pelo processo de purificação e para as purificadas e secas em estufa.

Analisando a Figura 5(a) é possível observar melhoria de VA e VP para algumas misturas após o processo de purificação por hidrociclonação nas configurações A1 e A3 do hidrociclone com secagem em estufa. A melhoria mais expressiva dessas propriedades ocorreu para a mistura M8 em ambas as configurações do hidrociclone.

A Figura 5(b) refere-se aos volumes de filtrado dos purificados obtidos pelas configurações A1 e A3. Através da figura é possível observar melhoria de VF para todas as misturas purificadas em ambas as configurações do hidrociclone com secagem em estufa, exceto para a mistura M2 purificada na configuração A3.



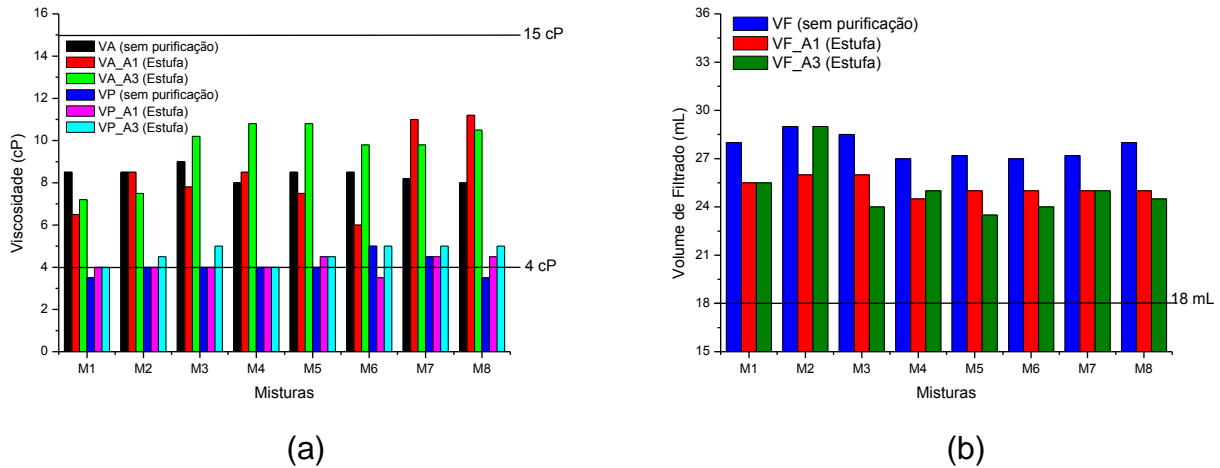


Figura 5. (a) VA e VP e (b) VF para as amostras sem purificação e purificadas pelas configurações A1 e A3 do hidrociclone

## CONCLUSÕES

Através dos resultados de granulometria apresentados anteriormente para as amostras purificadas, verifica-se que, de modo geral, os menores tamanhos de partículas foram obtidos quando da purificação de uma dada amostra pela configuração A3 do hidrociclone.

As melhorias ocorridas para VA e VF não foram suficiente para obedecer a especificação EP-1EP-00011-A da Petrobras <sup>(8)</sup>. Em algumas misturas observou-se redução dos valores de VA para as amostras purificadas com relação as misturas sem passar pelo processo de purificação.

A temperatura de secagem da montmorilonita pode influir significativamente nas viscosidades aparente e plástica, especialmente se a secagem for realizada antes da troca por sódio, o que promove elevada tendência à contração das camadas. Parece haver agregação irreversível das partículas com as secagens sucessivas <sup>(9, 10)</sup>. Tal fato dificulta a posterior hidratação, logo o comportamento reológico das dispersões também é afetado. Ainda, constatou-se, através do estudo da intercalação de argilas bentoníticas usando agentes pilar de ferro, a diminuição do espaçamento basal das amostras com o aumento da temperatura <sup>(11)</sup>.

As sucessivas secagens em estufa alteraram as características das amostras, aproximando as lamelas do argilomineral, dificultando a posterior hidratação e inchamento e, conseqüentemente, prejudicando nas propriedades reológicas das mesmas.

## REFERÊNCIAS

- [1] MARTINS, A. B. **Uso de um hidrociclone para purificação de esmectitas**. 2009. 62 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2009.
- [2] BARBOSA, E. A.; VIEIRA, L. G.M.; ALMEIDA, C. A. K.; DAMASCENO, J. J. R.; BARROZO, M. A. S. Differences of behavior between filtering hydrocyclones with Bradley and Rietema geometries. **Materials Science Forum**, v. 416, p. 317-322, 2003.
- [3] SOUZA, F. J.; VIEIRA, L. G. M.; DAMASCENO, J. J. R.; BARROZO, M. A. S. Analysis of the influence of the filtering medium on the behaviour of the filtering hydrocyclones. **Powder Technology**, New York, n. 107, p. 259 – 267, 2000.
- [4] KAJIYAMA, T.; PARK, K. J. Influência da umidade inicial da alimentação no tempo de secagem em secador atomizador. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 10, n. 1, p. 1-8, 2008.
- [5] MARQUES, V. C. **Beneficiamento por hidrociclonagem de misturas de argilas bentoníticas pouco nobres de Boa Vista-PB, visando melhoria de suas propriedades reológica**. 2014. 153 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2014.
- [6] FIGUEIRÊDO, J. M. R. de. **Organofilização de argilas esmectíticas purificadas para uso em fluidos de perfuração e em diferentes bases orgânicas**. 2013. 105 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2013.
- [7] FERREIRA, H. S.; CAMPOS, L. F. A.; MENEZES, R. R.; CARTAXO, J. M.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Influência das variáveis de processo na obtenção de argilas organofílicas. **Revista Cerâmica**, v. 59, p. 277-284, 2013.
- [8] PETROBRAS. **Viscosificante para fluidos usados na exploração e produção de poços de petróleo e gás**. Padrão Código: EP-1EP-00011-A, 11/08/2011. 14 p.
- [9] SOUZA SANTOS, P. **Tecnologia de argilas**, vol. 1. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1975 (a).
- [10] SOUZA SANTOS, P. **Tecnologia de argilas**, vol. 2. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda, 1975 (b).
- [11] BALCI, S.; GÖKÇAY, E. Effects of drying methods and calcination temperatures on the physical properties of iron intercalated clays. **Materials Chemistry and Physics**. n. 76, p. 46–51, 2002.

## **STUDY OF RHEOLOGICAL PROPERTIES OF DISPERSIONS OF BENTONITE CLAYS PURIFIED BY HYDROCYCLONING AND DRY IN KILN**

### **ABSTRACT**

*The bentonites from Boa Vista – PB are used in the production of drilling fluids of oil wells. However, the available clays have a high percentage of contaminants, which adversely affect the rheological properties of these fluids. This paper proposes purify dispersions of these clays by process of hydrocycloning and drying in kiln, in order to optimize the rheological properties and enhance the technological use of these clays in aqueous drilling fluids of oil wells. Thus, dispersions prepared of eight compositions with the clays Bofe, Chocolate, Verde-Lodo, Chocobofe and Sortida and as from 4% by mass of clay to be purified by hydrocycloning. The purified were dried in kiln at 60 °C, with subsequent milling discs. From the results obtained, observed improvement of rheological properties with increase of PV and AV and decreased of FV. However, the latter two not reached the standardized values.*

Key-words: bentonite, mixtures, hydrocycloning, kiln.