# CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E TECNOLÓGICA DE UM DEPÓSITO ARGILOSO NA REGIÃO DE CUBATI (PB)

# Dayse Mirella Oliveira TIMÓTEO<sup>1</sup>, Helena POLIVANOV<sup>1</sup>, Luiz Carlos BERTOLINO<sup>2</sup>

(1) Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Instituto de Geociências, Programa de Pós-graduação em Geologia, Avenida Athos da Silveira Ramos, n° 274, Cidade Universitária – Ilha do Fundão, 21941-916, Rio de Janeiro, Brasil. Endereços eletrônicos: milaot@gmail.com, hpolivanov@gmail.com.
(2) Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI), Avenida Pedro Calmon, 900 - Cidade Universitária

(2) Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI), Avenida Pedro Calmon, 900 - Cidade Universitária, 21941-908, Rio de Janeiro, Brasil. Endereço eletrônico: lcbertolino@uol.com.br.

Introdução Área de Estudo Geologia Materiais e Métodos Resultados e Discussões Conclusões Agradecimentos Referências

**RESUMO** - A argila é aplicada em diversos âmbitos industriais, em especial, para a preparação de fluidos de perfuração de poços de petróleo e água, no Brasil, estão localizados em Boa Vista, Cubati e Pedra Lavrada (PB). Devido à importância desses materiais e sua carência nos depósitos brasileiros de argilas sódicas naturais, este trabalho visa determinar as características físicas, mineralógicas, químicas e tecnológicas das argilas de um depósito do município de Cubati – PB. Como metodologia foram utilizadas análises químicas, difratometria de raios X, microscopia eletrônica de varredura, análises granulométricas, análises termogravimétricas, fluorescência de raios X e espectroscopia Mössbauer. A ativação dos materiais para o uso de viscosificantes foi realizada com barrilha (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) em concentrações de 1% a 5%, para determinar as VP's (Viscosidade Plástica), VA's (Viscosidade Aparente) e VF's (Volume do Filtrado API), conforme as normas N-2406 B e N-2506 B Petrobras. As análises dos resultados possibilitaram avaliar que as amostras apresentam alta concentração de esmectita como principal constituinte mineralógico. Devido a percentuais elevados de areia, a composição química dos argilominerais e concentração de caulinita, as amostras FCN-AR1, FCN-AR2 e FCN-AR3 não atingiram os parâmetros estabelecidos pelas normas. Porém, a amostra FCN-AR4 obteve os resultados mais próximos aos exigidos por apresentar menor concentração de contaminantes.

Palavras-chave: Argila, Mineralogia, Caracterização Tecnológica.

**ABSTRACT** - Clay is applied in many industrial fields, especially for the preparation of drilling fluids from oil wells and water in Brazil are located in Boa Vista, Cubati and Pedra Lavrada (PB). Due to the importance of these materials and their lack in Brazilian clays deposits of natural sodic, this study aims to determine the physical, mineralogical, chemical and technological properties of clays from a deposit in the municipality of Cubati - PB. As methodology was used chemical analysis, X-ray diffraction, scanning electron microscopy, analysis granulometric laser, thermogravimetric analysis, X-ray fluorescence and Mössbauer spectroscopy. Activation of materials for use as drilling fluids was performed with soda ash (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) at concentrations ranging from 1% to 5% to determine the plastic viscosity and apparent and the volumes filtrate API standards were used N-2406B and N-2506B Petrobras. The analysis of the results allowed evaluating the samples show high concentrations of smectite as the main mineral content. Due to the higher percentages of sand, chemical composition of clay minerals and concentration of kaolinite, samples FCN-AR1, FCN-AR2 and FCN-AR3 not reached the standards established by the rules. However, the sample FCN-AR4 obtained the results closer to those required by presenting a lower concentration of contaminants. **Keywords**: Clay, Mineralogy, Characterization Technology.

INTRODUÇÃO

As argilas possibilitam as propriedades dos fluidos durante a operação de perfuração de poços, desempenhando uma ou várias funções (Darley et al., 1988; Amorim et al., 2004 in Batista et al., 2009). A relevância dos fluidos deve-se à lubrificação e ao resfriamento das brocas e hastes de perfuração, transporte para a superfície dos detritos de perfuração, vedação das paredes do poço para evitar perdas de água, manutenção da pressão adequada para evitar erupções e desmoronamentos, tornar 0 bombeamento fácil, não inundar a ocorrência de

petróleo. Dessa forma, torna-se indispensável o uso dos fluidos na perfuração de poços (Amorim et al., 2002; Caenn et al., 1996 segundo Batista et al., 2009).

Algumas propriedades importantes são inerentes das argilas na presença de água, como: plasticidade, resistência mecânica a úmido e a seco, retração linear de secagem, compactação, tixotropia e viscosidade de dispersões coloidais aquosas.

As argilas bentoníticas são assim conhecidas comercial e tecnologicamente, entretanto, em

termos geológicos são designadas como argilas esmectíticas e detêm um grande aproveitamento industrial. Dentre os inúmeros usos, enfatiza-se o emprego em fluidos de perfuração de poços de água e de petróleo (Santos, 1992).

A argila tida como parâmetro mundial para a finalidade proposta são as argilas de Wyoming (EUA) que apresentam plasticidade, são coloidais e têm como íon principal o sódio entre as lamelas, portanto, são bastante expansíveis. Elas são empregadas como padrões pelas suas características sódicas naturais e alta capacidade de inchamento. A elevada viscosidade da esmectita as torna deste modo, os tipos mais competentes para a lama de perfuração (Luz et al., 2001).

Em países onde não existe a esmectita sódica natural, de grande emprego industrial, é prática tratar uma esmectita cálcica usual ou magnesiana com carbonato de sódio e assim obter uma esmectita sódica de propriedades tecnológicas iguais ou próximas às da esmectita sódica de Wyoming. O que realmente interessa industrialmente nas esmectitas (sódicas ou cálcicas), sintéticas. são naturais ou as propriedades tecnológicas desejadas industrialmente (Fahn, 1965).

As argilas utilizadas para fluidos de perfuração no Brasil são importadas ou tratadas em laboratório com carbonato de sódio  $(Na_2CO_3)$ , também conhecido como barrilha, para serem transformadas em argilas sódicas, viabilizando o uso para esse fim. A produção de argila no Brasil em 2010 cresceu potencialmente para 531.696 t, concebendo um avanço da produção de 101,2% comparativamente ao ano antecedente. E de toda a produção nacional, a Paraíba contribuiu com 79,34% (Brasil, 2011).

Após a descoberta da ocorrência de argila esmectítica na região de Cubati (Silva & Ferreira, 2008 segundo Menezes et al., 2008; Tonnensen et al., 2012) houve a necessidade de conhecer o material argiloso através de estudos detalhados dos aspectos físicos, mineralógicos e tecnológicos.

Todas características citadas acima as influenciam diretamente na preparação das suspensões e nos resultados das viscosidades e nos volumes dos filtrados API, e também, nas propriedades reológicas. como cita as "American especificações do Petroleum Institute – API" (API, 2003).

# **ÁREA DE ESTUDO**

O município de Cubati está situado na região centro-norte do Estado da Paraíba, mesorregião da Borborema e microrregião Seridó Oriental Paraibano, limitando-se com os municípios de Nova Palmeira, Sossego, Seridó e com o estado do Rio Grande do Norte, abrangendo uma área de 391,3 km<sup>2</sup> (CPRM, 2005). Apresenta coordenadas 06°45'28" de latitude sul e 36°28'15" de longitude oeste (CPRM, 2005).

O município apresenta um relevo de morros, contendo serras situadas mais a noroeste. A altitude onde o relevo é mais suave não ultrapassa a cota 620 m, já a área que está inserida no Planalto da Borborema, pode conter escarpas e cotas entre 700 e 800 m (CPRM, 2005).

A hidrografia da mesorregião do Seridó é composta por rios intermitentes que na época chuvosa tornam-se rios caudalosos, podendo causar voçorocas. O município encontra-se sobre a bacia do Rio Piranhas, sub-bacia do rio Seridó. Possui rios perenes de pequena vazão e com baixo potencial de água subterrânea. Os riachos que cortam o município são: riachos Cubati, do Feijão, Campo Novo e mais alguns tributários (SEMARH, 1999).

A classificação do clima para a região, segundo Köppen, é Bsh (semi-árido quente), com ventos alísios de sudeste, com verão seco e temperatura média anual de 25°C, com período longo de estiagem de 8 a 10 meses. A média pluviométrica da região está entre 500 a 700 mm para o município de Cubati, com períodos irregulares de chuva (SEMARH, 1999).

Apresenta formação vegetacional do tipo caatinga hiperxerófila, caducifólia e subcaducifólia, de troncos retorcidos, ocorrência característica de regiões semiáridas. Possui espécies de caráter arbustivo e é muito comum a presença de cactáceas e bromeliáceas. Segundo dados da CPRM (2005), o arcabouço geológico no Município de Cubati é constituído pela Formação Campos Novos de idade Cenozóica, Granitoides de composição variada e Suíte calcialcalina de médio a alto potássio Itaporanga (ambos do Neoproterozóico) e Complexo Serrinha-Pedro Velho (do Paleoproterozóica).

A Formação Campos Novos é composta por arenitos localmente silicificados e argilitos, e ainda é constituída por basaltos, o basalto inferior e superior da região tem idade  $({}^{40}\text{Ar}/{}^{39}\text{Ar})$  do oligoceno-mioceno, respectivamente (Souza et al. 2007 *in* CPRM, 2005).

Conforme CPRM (2005), os Granitóides de composição variada são formados por biotita granito, sienito, quartzo, metagranito, granito porfiroide e microporfirítico, datando do Proterozoico (571 Ma U-Pb).

A Suíte Calcialcalina de médio a alto potássio Itaporanga é constituída por granitos e granodiorito porfirítico associado a diorito, com idade de cerca de 588 Ma de idade Neoproterozoica (CPRM, 2005).

O complexo Serrinha - Pedro Velho é formado por ortognaisse tonalítico a granítico

migmatizado e migmatito, datado do Paleoproterozoico (2189 Ma) (CPRM, 2005).

Segundo a literatura existem diversas hipóteses sobre a gênese dos depósitos de esmectita, como sedimentar, por Caldasso (1979); hidrotermal, por Pinto & Pimentel (1968); vulcano-sedimentar, por Ennes & Santos (1975), além de Caldasso (1971) e Lira Filho (1973). Porém, estudos detalhados de Geologia, Mineralogia e Química de acordo com Gopinath et al. (1981 e 1988) concluem que as argilas resultam da alteração dos materiais piroclásticos de natureza tufo e *lapilli* provenientes do vulcanismo local.

A natureza litológica do derrame indica uma atividade explosiva resultando na formação dos materiais fragmentados (vidros vulcânicos, em sua maioria), depositados em paleodepressões e ambiente lacustre, sobre o derrame escoriáceo e rochas gnáissicas, a leste e oeste respectivamente. Tais depressões, no entanto, funcionaram também como locais de acumulação dos detritos grossos com atividades orgânicas, antes do preenchimento por materiais piroclásticos. A desvitrificação dos materiais, em condições alcalinas, propiciou a formação de argilominerais.

## MATERIAIS E MÉTODOS

As camadas foram identificadas, descritas e classificadas, através do exame morfológico de acordo com o Manual de descrição e coleta de campo de Santos et al. (2005).

As quatro amostras foram coletadas em uma frente de lavra (Figuras 1a e 1b) para uma melhor representatividade do depósito e denominadas FCN-AR1, FCN-AR2, FCN-AR3 e FCN-AR4. Ainda foi identificado um subnível carbonático FCN-N1 no perfil do depósito, entre as camadas FCN-AR3 e FCN-AR4 na profundidade 7,5 m (Figura 1c).

O preparo das amostras para os ensaios laboratoriais consistiu em secar o material ao ambiente, em seguida foram cominuídas com o britador de mandíbulas, a fim de fragmentar os blocos consolidados de argila, depois foram homogeneizadas, quarteadas e separadas em alíquotas menores com cerca de 2 kg cada. A seleção das frações texturais foi elaborada por peneiramento a úmido utilizando as peneiras com aberturas de 0,057, 0,044 e 0,020 mm. Na fração acima de 0,057 mm a identificação dos minerais foi realizada por meio da lupa binocular, com o auxílio do Dana (1978).

As amostras para as análises por difração de raios X (DRX) foram obtidas a partir da fração argila separação da obietivando identificar a mineralogia. Para isso, foi utilizado o método da sedimentação (Embrapa, 1997). O material foi centrifugado, dividido e reservado para as análises de DRX das lâminas naturais, outra parte para a glicolagem com etileno-glicol e saturação com MgCl<sub>2</sub>, e uma terceira parte para as lâminas aquecidas a 550°C com KCl (Jackson. 1972). As lâminas foram confeccionadas pelo método do esfregaço (Moore & Reynolds, 1997).



**Figura 1.** Visão geral do perfil (a), sequência argilosa com a profundidade das camadas (b), camada FCN-N1 de calcita entre FCN-AR3 e FCN-AR4 (c).

A composição mineralógica das amostras foi determinada através da difratometria de raios X no equipamento Bruker-D4 endeavor, nas seguintes condições de operação: radiação Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA). As interpretações qualitativas de espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados do padrão do ASTM (*American Society for Testing and Materials*).

A análise granulométrica foi determinada por densimetria conforme NBR-7181 (ABNT, 1984).

A relação silte/argila foi obtida através da análise granulométrica, conforme Embrapa (1997).

A determinação do tamanho das partículas finas foi realizada em um granulômetro a laser *Mastersizer* 2000SM, da

Malvern Instruments, de acordo com a ABNT/NBR-7181 (1984) e England (2003).

A determinação do pH em  $H_2O$  e em KCl seguiu o método da Embrapa (1997). Com esses dados calculou-se o  $\Delta pH$  obtendo a carga do material estudado.

A determinação do valor T, que é a capacidade efetiva do solo reter cátions, foi realizada na fração bruta (sem peneiramento) e na menor que 0,020 mm, conforme Embrapa (1997). Segundo Embrapa (2009) a classificação da atividade da argila para todas as amostras foi categorizada como: Atividade alta (Ta) – T entre 27 e menos que 40 cmolc/kg de argila e Atividade muito alta (Tma) - T igual ou superior a 40 cmolc/kg de argila.

Chama-se de índices Ki e Kr, as relações  $SiO_2/Al_2O_3$  e  $SiO_2/Al_2O_3$  somado ao  $Fe_2O_3$ ,

respectivamente, calculadas sob a forma molecular. Dessa forma, o ataque sulfúrico e os índices Ki e Kr foram determinados na fração argila conforme Embrapa (1997). O método foi empregado para obter os valores totais dos óxidos extraíveis das amostras e buscar variação nas camadas.

Nas análises da Fluorescência de raios X foram determinados os compostos  $Al_2O_3$ , CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, MnO, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O, SiO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, BaO e TiO<sub>2</sub> das amostras brutas e das frações menores que 0,020 mm. O método de preparo das amostras foi elaborado por pastilha fundida com fluxo (tetra/metaborato de lítio).

Para as análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi usado FEI, modelo QUANTA 400 equipado com um sistema de microanálise por espectrometria de raios X (EDS) Oxford link ISIS 300. As amostras foram analisadas através de imagens formadas pelo detector de elétrons retroespalhados/EDS e secundários (Goldstein et al., 1992). Através do método foi possível avaliar a forma, no geral, os tamanhos das partículas na fração mais fina.

As análises termodiferenciais e termogravimétricas (DTA/TG) foram realizadas em equipamento SDT 2960-TA Instrument, com porta-amostra de platina, nas condições de operação: percentual de aquecimento de 10°C/min até 1000°C. Foi utilizada como referência a alumina calcinada e a atmosfera de ar sintético com vazão de 100 mL/min.

A espectroscopia Mössbauer foi realizada em temperatura ambiente (TA) e a 80 K e 300 K, um espectrômetro (512 canais) em em geometria de transmissão operando em modo de aceleração А calibração constante. da velocidade foi realizada com uma folha de aFe metálico (Vmax~12 mm/s) (Santos Filho, 2010). As análises foram realizadas em espectrômetro com geometria de transmissão, usando uma fonte <sup>57</sup>Co difundida em uma matriz de Rh.

Os ensaios de caracterização tecnológica consistiram no processo de ativação com Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, análise da viscosidade aparente e plástica, além da suspensão mineral para diagnosticar a viscosidade. Os testes foram baseados nas normas N-2604 B e N-2605 B, conforme Petrobras (1998a e 1998b), que visam adequar o material finalizando torná-lo sódico para o uso como fluidos viscosificantes a base água na exploração de petróleo.

O procedimento de ativação da argila foi realizado a partir de amostras com cerca de 300g com uma solução 5% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> aplicada sobre cada alíquota, variando apenas o volume adicionado, para a dosagem das quantidades de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> correspondentes a 1, 2, 3, 4 e 5% em peso cada. A partir de então, coletaram-se subamostras após 24, 48, 72 e 96 horas para avaliar o resultado do tempo de contato da solução com a argila.

As suspensões foram preparadas num agitador *Hamilton Beach*, utilizando 24,3 g de argila com granulometria passante em 200 mesh (74  $\mu$ m), dispersas em água e agitadas por um período de 20 minutos, a 17000 rpm. Após essa etapa, a suspensão permaneceu em repouso.

Em sequência, os ensaios de viscosidade foram desempenhados utilizando um viscosímetro FANN modelo 35A, como cita o método N-2605 B (Petrobras, 1998). As suspensões foram agitadas a uma velocidade de 17000 rpm e, logo após feita a leitura em 600 rpm e em 300 rpm. Todos os demais valores utilizados estão especificados na norma citada.

Após os ensaios das viscosidades, foram preparados os ensaios para o volume do filtrado API que trata-se da suspensão anterior submetida ao filtro-prensa API FANN contendo um papel-filtro tipo Whatman nº 50 e sendo aplicada uma pressão de 690  $\pm$  35 kPa ou (100  $\pm$  5 psi). A partir do início da pressão, o volume foi validado como a resultante anotada com precisão de 0,2 mL (Petrobras, 1998).

### **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados das características morfológicas das amostras. De acordo com as observações na lupa binocular das amostras (Figuras 2 a 5), todas com fração >0,053mm, a FCN-AR1, FCN-AR2 e FCN-AR3 apresentaram grãos de quartzo,

quartzo com inclusões de óxidos de manganês, óxido de manganês, feldspatos e epidoto. Na amostra FCN-AR4 foram encontrados apenas grãos de quartzo e aglomerados de argilominerais.

	FCN-AR1	FCN-AR2	FCN-AR3	FCN-AR4
Profundidade	1,5 m	2 m	4 m	5 m
Cor (seco)	5y 6/4	5y 7/2	5y 7/2	5y 8/1
	oliva claro	cinzento claro	cinzento claro	branco
	acinzentado			
Cor (úmido)	5y 5/4	5y 8/2	5y 8/2	5y 8/2
	oliva	amarelo claro	amarelo claro	amarelo claro
		acinzentado	acinzentado	acinzentado
Textura Tátil	argilosa	argilosa	argilosa	Argilosa
Porosidade	Pequenos,	Pequenos,	Pequenos,	Pequenos,
	poucos poros	poucos poros	poucos poros	poucos poros
Cerosidade	Sem	Sem	Sem	Sem
Cimentação	Não há	Não há	Não há	Não há
Nódulos e	Não há	Não há	Não há	Não há
concreções				
minerais				
Conteúdo de	Não há	Não há	Não há	Não há
carbonatos				
Eflorescência	Não há	Não há	Não há	Não há

Tabela 1. Características morfológicas das amostras de Cubati.

A amostra FCN-AR1 de forma geral de todo efetivo de grãos retidos na malha 0,053 mm, possui mais quartzo em relação às demais, contrariamente ao que foi observado na FCN-AR4 que demonstrou grande quantidade de aglomerado de argilominerais e baixa concentração de quartzo. Dos grãos retidos na mesma peneira, a FCN-AR3 apresentou óxidos de manganês encontrados livres do quartzo com mais frequência e não foram localizados grãos de feldspatos bem preservados como na FCN-AR2. Na FCN-AR4, os grãos de quartzo encontrados possuíam granulometria mais fina relacionando com as demais amostras, exceto algumas partículas, ainda foram visualizados aglomerados de argilominerais bem compactados e óxidos de manganês livres.



**Figura 2.** Microimagens dos minerais contidos na fração > 0,053 mm da amostra FCN-AR1 observados em lupa binocular: Qtz: quartzo (a), Qtz: minerais de quartzo, QM: quartzo com intrusões de manganês, OM: óxido de manganês, F: feldspato, FA: feldspato alterado, Ep.: epidoto (b) e Qtzi: quartzo com inclusões (c).



**Figura 3.** Microimagens dos minerais contidos na fração > 0,053 mm da amostra FCN-AR2 observados em lupa binocular: quartzo (a), minerais de quartzo, óxido de manganês, feldspato, feldspato alterado, epidoto (b) e quartzo com inclusões de manganês (c).



**Figura 4.** Microimagens dos minerais contidos na fração > 0,053 mm da amostra FCN-AR3 observados em lupa binocular: quartzo, óxido de manganês e feldspato (a), minerais de quartzo, óxido de manganês, feldspato, quartzo com inclusões de manganês, epidoto (b), quartzo com inclusões (c).



**Figura 5.** Microimagens dos minerais contidos na fração > 0,053 mm da amostra FCN-AR4 observados em lupa binocular: quartzo, óxidos de manganês e aglomerados de argilominerais (a) e grãos de quartzo e aglomerados de argilominerais (b).

Os minerais identificados a partir da difratometria de raios X das amostras FCN-AR1, FCN-AR2, FCN-AR3, FCN-AR4 e FCN-N1 estão apresentados nas figuras de 6 a 10, com os espectros das amostras naturais, glicoladas e aquecidas.

identificação minerais Para a dos apresentados nos difratogramas foram reconhecidos os seguintes valores de (d) para o tubo de cobalto (Co K $\alpha$ ): esmectita (17,57Å; 17,93Å; 18,97 Å; 16,84 Å), ilita (10,11Å; 10,07 Å; 10,23 Å; 3,58 Å; 3,59 Å; 3,34 Å; 3,31 Å; 3,22 Å; 3,32 Å), caulinita (7,18 Å; 7,14 Å; 1,79 Å), calcita (15,68 Å; 3,85 Å; 3,35 Å; 3,03 Å; 2,8 Å; 2,49 Å; 2,28 Å; 2,09 Å; 1,91 Å; 1,87 Å; 1,62 Å; 1,60 Å; 1,52 Å; 1,47 Å; 1,43 Å e 1,42 Å) e epidoto (5,06 Å; 4,86 Å; 4,88 Å; 4,96 Å; 2,39 Å; 2,38 Å; 2,00 Å).

A mineralogia das amostras é constituída essencialmente por esmectita, ilita, caulinita, epidoto e quartzo (Figuras 6 a 10).

Nota-se que houve o deslocamento do pico da esmectita nas amostras glicoladas, além do mineral expansível, foi identificada a ocorrência de quartzo, caulinita, illita, epidoto e, possivelmente, algum interestratificado esmectita/illita, no segundo pico dos difratogramas. Houve o colapso do pico da caulinita quando as amostras são aquecidas a 550°C.

De acordo com ARANHA (2007), a composição mineralógica encontrada para as argilas de Boa Vista foi esmectita, caulinita, quartzo e cristobalita. Para as argilas de Wyoming a mineralogia presente é composta por esmectita, beidellita, illita, quartzo, anortita, cristobalita, microclínio e caulinita. A composição mineralógica das argilas de Cubati nesta pesquisa assemelha-se mais com as argilas de Boa Vista (PB).

Já em LUZ *et al.* (2004) as argilas da Paraíba analisadas apresentaram-se ricas em esmectitas, tendo como minerais acessórios a caulinita e o quartzo. E em sua pesquisa, BALTAR *et al.* (2003), estudou argilas com o predomínio da esmectita, tanto para as argilas de Boa Vista quanto para a de Wyoming, entretanto, houve uma diferença na distância interplanar da esmectita presente na argila de Wyoming em relação às brasileiras,



Figura 6. Difratogramas de raios X da amostra FCN-AR1 natural, glicolada (Mg<sup>++</sup>) e aquecida (550° C), Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA).



**Figura 7.** Difratogramas de raios X da amostra FCN-AR2 natural, glicolada (Mg<sup>++</sup>) e aquecida (550° C), Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA).



**Figura 8.** Difratogramas de raios X da amostra FCN-AR3 natural, glicolada (Mg<sup>++</sup>) e aquecida (550° C), Co Kα (40 kV/40 mA).



**Figura 9.** Difratogramas de raios X da amostra FCN-AR4 natural, glicolada (Mg<sup>++</sup>) e aquecida (550° C), Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA).



**Figura 10.** Difratograma de raios X da amostra FCN - N1 referente à subcamada encontrada entre os horizontes FCN-AR3 e FCN-AR4. Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA).

Amostras	Composição Mineralógica
FCN-AR1	Esmectita, interestratificado
	ilita/esmectita, caulinita.
FCN-AR2	Esmectita, interestratificado
	ilita/esmectita, caulinita.
FCN-AR3	Esmectita, interestratificado
	ilita/esmectita, caulinita.
FCN-AR4	Esmectita, interestratificado
	ilita/esmectita_caulinita

Calcita

Tabela 2. Composição Mineralógica da fração argila das amostras de Cubati

Estes resultados também foram observados, em parte, para as amostras de Cubati por TONNENSEN et al. (2012), BATISTA et al. (2009) e MENEZES et al. (2009). E em relação às argilas de Boa Vista, município situado a cerca de 50 km a sudeste, os resultados encontrados presente trabalho no foram semelhantes aos de ARANHA (2007),PEREIRA (2008) e SILVA (2011).

FCN-N1

A análise granulométrica apresentou resultados distintos para cada camada. A presença de areia ficou constatada em todas as amostras, no entanto, verifica-se que a amostra FCN-AR4 apresenta o menor teor desta fração. Na Tabela 3 e 4 estão apresentados os resultados da classificação granulométrica das amostras.

**Tabela 3.** Classificação Granulométrica (%).

	Argila (<0,002 mm)	Silte (0,05 a 0,002mm)	Areia (0,05 a 2mm)
FCN-AR1	55,8	35,5	8,6
FCN-AR2	62,5	27,6	9,8
FCN-AR3	68,5	18,5	12,9
FCN-AR4	82,9	15,4	1,5

<b>Fabela 4.</b> Composição da fração Areia (%).					
	Arei	Areia			
	% Fina (0,05 a 0,25mm)	% Média (0,25 a 0,5mm)			
FCN-AR1	6,1	2,4			
FCN-AR2	8,0	1,7			
FCN-AR3	9,9	3,0			
FCN-AR4	1,3	0,2			

Na fração areia a predominância foi da granulometria fina (Tabela 4). A análise dos resultados indicou distribuição que na granulométrica das amostras, os percentuais da fração argila possuem valores próximos, exceto na FCN-AR4 que apresenta uma percentagem de argila maior (82,95%) e menor de areia (1,56%), evidenciando que ela oferece uma possibilidade de obter os maiores valores das viscosidades. Portanto, prevalece à fração argila com cerca de 55 a 82% das partículas das amostras, entretanto, ainda pode ser observado que as mesmas também possuem uma fração areia compondo de 1 a 12% do total das amostras, e nesta fração prevalece a areia fina variando de 1 a 10% da fração areia total. Podese observar que há um aumento gradual da fração argila nas camadas mais profundas enquanto que o silte decresce nessa mesma direção.

frações Segundo Silva (2011),as granulométricas encontradas para as argilas da Boa Vista - PB, sendo elas, Chocolate, Bofe, Chocobofe, Sortida e Verde Lodo, o teor de areia na argila Verde Lodo possui menos areia (0,25%) quando comparada com a argila Sortida (2%). De todas as argilas estudadas por Silva (2011), a Bofe e a Verde Lodo foram as que apresentaram um menor teor de resíduos na peneira. Comparativamente, a amostra FCN-AR4 (1,56%), foi a que mostrou baixo teor de retido, sendo esta uma caracterísitica relevante como citada nas especificações da Petrobras (1998), onde aborda que esse teor não pode ser maior que 4%.

Os resultados da determinação silte/argila (Tabela 5) mostram que a diminuição da concentração de silte e o acúmulo de argila indicam uma deposição de materiais mais finos nas camadas inferiores, os dados permitem conduzir que as camadas são diferenciadas.

Resultatios da	ueterninação s
FCN-AR1	0,6
FCN-AR2	0,4
FCN-AR3	0,2
FCN-AR4	0,1

Tabela 5. Resultados da determinação silte/argila.

As amostras passante da malha 0,020mm (areia fina - argila) foram submetidas à análise através do Malvern para detalhar os tamanhos das partículas, compreendendo desde 0,1  $\mu$ m a 1000  $\mu$ m. Os resultados variaram de 1 a 30  $\mu$ m, exceto para a amostra FCN-AR1,

compreendendo em torno de 0,8  $\mu$ m a 25  $\mu$ m. Não houve variações abruptas na granulometria da fração argila em nenhuma amostra.

Na Tabela 6 estão apresentados os resultados obtidos para o pH em água e em KCl.

Tabela 6. Resultados da determinação do pH em H<sub>2</sub>O e KCl.

	FCN-AR1	FCN-AR2	FCN-AR3	FCN-AR4
pH em H <sub>2</sub> O	6,4	6,1	6,3	6,3
pH em KCl	8,4	8,9	7,5	7,4
$\Delta pH$	2,0	2,7	1,2	1,1

Os resultados obtidos do pH com  $H_2O$  apontaram um pH tendendo a neutro, entretanto, com KCl indicou ser fortemente alcalino a

moderamente alcalino. O  $\Delta pH$  foi positivo para todas as amostras, indicando ser o material

eletropositivo, assim adsorvendo mais ânions do que cátions.

Em Silva (2011), os resultados de pH encontrados para as amostras de Boa Vista variaram de 7,4 a 9,4, sendo a Verde Lodo a mais básica. Já entre os resultados na presente pesquisa, mostraram valores relativamente semelhantes aos encontrados pela autora citada, entre 6,1 a 8,9.

Os resultados do Valor T para as amostras brutas (sem peneiramento) e (com

peneiramento) de tamanhos menores que 0,020 mm (Tabela 7) apresentaram valores dentro dos que estão descritos na literatura para as argilas esmectíticas da Paraíba que apresentam valores entre 50 e 90 meq/100g de argila (Grim, 1968). Todas as amostras apresentaram atividade alta (Ta) a muito alta (Tma), conforme Embrapa (2009). As amostras encontraram-se dentro do intervalo de valores estipulado para as argilas esmectíticas (60-170 meq/100g), exceto a FCN-AR4 <0,020 mm.

Tabela 7. Valor T corrigido da TFSA para fração argila

Amostras	T (cmol/kg)
FCN-AR1 Bruta	62,8
FCN-AR2 Bruta	79,0
FCN-AR3 Bruta	64,4
FCN-AR4 Bruta	66,9
FCN-AR1 <0,020 mm	53,5
FCN-AR2 <0,020 mm	84,0
FCN-AR3 <0,020 mm	72,0
FCN-AR4 <0,020 mm	50,5

Os resultados do ataque sulfúrico são apresentados na Tabela 8.

Amostras	SiO <sub>2</sub>	$Al_2O_3$	$Fe_2O_3$	$TiO_2$
FCN-AR1 Bruta	294	149	92	6,6
FCN-AR2 Bruta	298	188	46	7,6
FCN-AR3 Bruta	280	167	41	7,0
FCN-AR4 Bruta	325	205	61	8,0
FCN-AR1 <0,020 mm	331	174	105	8,1
FCN-AR2 <0,020 mm	338	159	57	8,5
FCN-AR3 <0,020 mm	339	203	51	8,5
FCN-AR4 <0,020 mm	339	211	64	8,5

Os dados obtidos pelo ataque sulfúrico permitem observar predominância dos teores de SiO<sub>2</sub>, seguidos do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e em menores proporções Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub>. Observa-se também que os resultados de SiO<sub>2</sub> crescem nas camadas inferiores com exceção da terceira. O Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tem valores mais altos na primeira camada, no 2° e  $3^{\circ}$  níveis apresentam valores mais baixos e na 4° camada aumenta, no entanto, não superando o 1° nível.

As proporções elevadas para o SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> podem ser explicadas pela concentração dos argilominerais. Os resultados na FCN-AR2

menor que 0,020 mm apresentou um valor mais baixo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Assim como nos resultados das amostras brutas, as proporções de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nas amostras com diâmetro menor que 0,020 mm são menores no 2° e 3° nível e maiores no 1° e no 4° nível. E em relação ao TiO<sub>2</sub> verifica-se que os resultados variam pouco entre as camadas. A análise permitiu concluir que a composição química das camadas é variada.

Os resultados na Tabela 9 apontaram valores de Ki elevados. Os resultados confirmaram a presença de argilominerais expansíveis nas amostras, o que foi verificado nos DRX.

Tabela 9. Resultados dos coeficientes (Ki e Kr).

	FCN-AR1	FCN-AR2	FCN-AR3	FCN-AR4
Ki	3,35	2,69	2,85	2,69
Kr	2,40	2,32	2,46	2,26

Os resultados da fluorescência de raios X são apresentados nas Tabelas 10 e 11. O peneiramento foi eficaz para a redução do teor de SiO<sub>2</sub>, como pode ser visto em todas as amostras brutas e nas menores que 0,020 mm. Pode-se relacionar essa redução à eliminação do quartzo na fração menor que 0,020 mm; houve, ainda, a concentração do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

O decréscimo do teor de SiO<sub>2</sub> mostra que o tratamento para a diminuição do quartzo foi eficaz, uma vez que o mineral é definido como contaminante para o processo de ativação do material estudado, podendo diminuir os valores das viscosidades aparente e plástica. Foi constatado também que todas as amostras possuem um baixo teor de ferro em sua composição. Para a fração menor que 0,020 mm

(Tabela 11), os teores de  $Al_2O_3$  foram maiores para todas as amostras e o de  $SiO_2$  foi reduzido para valores de 51 a 52%, indicando que a concentração do material foi promissora.

Não foi detectado teor de  $Na_2O$  em nenhuma amostra, exceto na FCN-AR2 bruta. O percentual de CaO e MgO encontrado nas amostras brutas evidencia que as esmectitas podem ser classificadas como cálcicas ou magnesianas, mostrando assim, a necessidade de ativação com  $Na_2CO_3$  para transformar a argila em sódica.

As amostras brutas apresentaram perda ao fogo menor em relação à fração menor que 0,020 mm, o que está intimamente relacionado ao teor de argilominerais.

Óxidos	FCN-AR1	FCN-AR2	FCN-AR3	FCN-AR4
(%)	(Bruta)	(Bruta)	(Bruta)	(Bruta)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,87	23,15	22,44	25,93
SiO <sub>2</sub>	56,49	55,19	58,62	51,59
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,95	3,12	2,96	4,43
MgO	2,59	2,42	2,43	2,45
K <sub>2</sub> O	1,84	0,75	1,13	0,47
BaO	0,23	0,69	nd	nd
CaO	0,28	0,34	0,35	0,38
TiO <sub>2</sub>	0,51	0,53	0,56	0,63
MnO	nd	nd	0,33	nd
Na <sub>2</sub> O	nd	0,42	nd	nd
ZrO <sub>2</sub>	0,03	0,02	0,04	nd
SO <sub>3</sub>	0,12	0,43	nd	nd
P.F.	11,04	12,90	11,09	14,07
Total	100,00	99,99	99,99	99,97

Tabela 10. Resultados das análises químicas totais das amostras brutas (% em peso).

**Tabela 11.** Resultados das análises químicas totais da fração <0,020 mm (% em peso).</th>

Óxidos	FCN-AR1	FCN-AR2	FCN-AR3	FCN-AR4
(%)	<0,020 mm	<0,020 mm	<0,020 mm	<0,020 mm
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21,98	26,16	26,60	27,58
SiO <sub>2</sub>	51,49	51,21	52,84	51,24
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,67	3,60	3,62	4,54
MgO	2,81	2,77	2,99	2,47
K <sub>2</sub> O	1,69	0,44	0,49	0,39
BaO	nd	nd	nd	nd
CaO	0,28	0,39	0,42	0,42
TiO <sub>2</sub>	0,64	0,57	0,71	0,53
MnO	nd	nd	nd	nd
Na <sub>2</sub> O	nd	nd	nd	nd
ZrO <sub>2</sub>	nd	0,01	nd	nd
SO <sub>3</sub>	nd	nd	nd	nd
P.F.	13,41	14,80	12,30	12,79
Total	100,01	100,00	99,99	99,98

\*nd: não detectável; P.F.: Perda ao fogo.

De acordo com as imagens obtidas no MEV (microscópio eletrônico de varredura), as amostras apresentam aglomerados de argilominerais e quartzo (Figura 11a e 11b). Não foram encontradas variantes expressivas na mineralogia e morfologia dos grãos, tendo em vista que foram coletadas em um mesmo depósito em camadas subsequenciais, e ainda, as partículas apresentaram morfologias distintas, com formas irregulares e dimensões variadas. Na Figura 11c estão dispostas as partículas de calcita do subnível FCN-N1.

Os aglomerados encontrados, possivelmente, trata-se dos argilominerais esmectíticos confirmados nos DRX; as partículas lamelares encontradas em algumas das microimangens podem ser associadas às caulinitas, e as com fácies acentuadas trata-se de grãos de quartzo.

De acordo com LUZ et al. (2004) as argilas da Paraíba apresentaram aspecto granular, contendo uma fase lisa unindo partículas maiores, o que foi visualizado também nas argilas de Cubati.

Em MENEZES et al. (2009) as amostras de Cubati mostraram-se aglomeradas, contendo partículas lamelares maiores associadas às partículas de caulinita, e outras com arestas (quartzo), estes resultados assemelham-se com os encontrados na presente pesquisa.

Resultados semelhantes foram descritos por PEREIRA (2008) e SILVA (2011).





Figura 11. Morfologias dos aglomerados dos argilominerais (a) e (b), destaque da morfologia do carbonato de cálcio (c).

Em relação às análises térmicas, nas curvas ATD todas as amostras exibem um pico endotérmico (cerca de 65 a 72° C) que acompanha a perda de água livre, um segundo pico endotérmico (entre 489 a 493° C) causado pela transformação de caulinita em metacaulinita e um outro pico exotérmico (cerca de 900° C) referente à cristalização da mullita.

Nas curvas ATG, das amostras analisadas nota-se desidratação abaixo de 200° C indicando que houve perda de massa em virtude da água

higroscópica e da água ao redor dos íons entre as lamelas da esmectita. A perda de massa ocorrida em torno de 500° C corresponde à transformação da caulinita em metacaulinita com a perda de OH e pequena parte devido à água da illita; a desidroxilação em torno de 950° C deve-se à nucleação da mullita, de acordo com Santos (1975). A amostra FCN-AR4 apresenta goethita, mas em quantidade insignificante.



Figura 12. Curvas de DTG {--}, ATG {--}, DTA {--} da fração < 0,020 mm da amostra FCN-AR1.



Figura 13. Curvas de DTG {--}, ATG {--}, DTA {--} da fração < 0,020 mm da amostra FCN-AR2.



Figura 14. Curvas de DTG {--}, ATG {--}, DTA {--} da fração < 0,020mm da amostra FCN-AR3.



Figura 15. Curvas de DTG {--}, ATG {--}, DTA {--} da fração < 0,020mm da amostra FCN-AR4.

Os resultados obtidos através da espectroscopia Mössbauer mostraram que não foram observados óxidos de ferro ou outros componentes magnéticos; apenas sítios relativos ao Fe<sup>3+</sup>, os quais se referem ao ferro estrutural dos argilominerais ou ainda óxidos e hidróxidos

de ferro. Também não foi constatado nenhum componente relativo ao  $Fe^{2+}$ , que se trata do ferro estrutural dos silicatos ou de substituição isomórfica do sítio de argilominerais, conforme os espectros apresentados nas figuras 16 e 17.



**Figura 16.** Espetros Mössbauer do <sup>57</sup>Fe em baixa velocidade medidos em temperatura ambiente e baixa temperatura (80K). A linha vermelha é o ajuste realizado assumindo uma superposição de dubletos quadrupolares.



**Figura 17.** Espetros Mössbauer do <sup>57</sup>Fe em alta velocidade medidos em temperatura ambiente e baixa temperatura (80K). A linha vermelha é o ajuste realizado assumindo uma superposição de dubletos quadrupolares.

A Tabela 12 apresenta os resultados dos testes de viscosidade plástica (Vp) e aparente (Va) e do volume de filtrado API (VF) em intervalos.

Analisando os resultados observou-se que o processo de ativação não foi inteiramente satisfatório, devido à concentração de quartzo, caulinita e à presença de esmectitas cálcicas e magnesianas. Não foi observada influência significativa no tempo de ativação e nem nas viscosidades das suspensões. Os valores de pH das amostras após a ativação ficaram em torno de 9,0 e 11,0, não atendendo completamente ao requisito da norma (pH máx. 10).

Os resultados da caracterização tecnológica indicaram que as Vp's variaram de 1,5 a 5,0 cP (centipoise), as Va's de 1,5 a 34,25 cP e para o VF a variação foi de 21,5 a 58 mL.

Alguns resultados atingiram valores próximos aos requisitos mínimos, como é o caso da FCN-AR4, ativada a 3% de  $Na_2CO_3$  por 72h e FCN-AR4 com teor 2% por 96h. A amostra FCN-AR4 mostrou-se mais apta para atingir os níveis mínimos exigidos de acordo com a regulamentação.

Tabela 12. Resultados em intervalos das viscosidades plástica/aparente e volumes do filtrado API
da amostra FCN-AR1, FCN-AR2, FCN-AR3 e FCN-AR4 brutas de 1% a 5% de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , nos
tempos de 24, 48, 72 e 96h

FCN-AR1				
$Na_2CO_3(\%)$	Vp (cP)	Va (cP)	Filtrado API (mL)	
1 a 5	1,5 a 3,0	1,5 a 5,0	39,5 a 58,0	
FCN-AR2				
$Na_2CO_3(\%)$	Vp (cP)	Va (cP)	Filtrado API (mL)	
1 a 5	2,5 a 5,0	3,0 a 25,0	27,5 a 54,0	
FCN-AR3				
$Na_2CO_3(\%)$	Vp (cP)	Va (cP)	Filtrado API (mL)	
1 a 5	2,0 a 4,5	3,75 a 20,0	25,0 a 38,0	
FCN-AR4				
$Na_2CO_3(\%)$	Vp (cP)	Va (cP)	Filtrado API (mL)	
1 a 5	2,0 a 5,0	2,5 a 34,25	21,5 a 46,0	

#### CONCLUSÕES

Conforme as análises granulométricas, o material estudado apresenta alta concentração de argila. A FCN-AR3 apresentou o maior teor de areia, e a FCN-AR4 qualitativamente é a que detém maior concentração de argila e menos contaminante (quartzo).

A caracterização mineralógica indicou que o material analisado é constituído predominantemente pelo argilomineral esmectita, o que explica, em partes, os teores de cálcio e ferro encontrados nas análises químicas e na espectroscopia Mössbauer.

As análises químicas totais (FRX) indicaram que as amostras FCN-AR1, FCN-AR3 e FCN-AR4 podem ser classificadas como cálcicas e magnesianas.

Comparando as análises químicas das frações brutas e menores que 0,020 mm,

visualizou-se que o beneficiamento foi eficiente para a redução do quartzo e concentração dos argilominerais.

Apenas a amostra FCN-AR4 atendeu à especificação para a granulometria abaixo de 4%, como cita a norma Petrobras (1998). Entretanto, não atende à norma para o VF, certamente por formar um leito com alta porosidade.

Após os tratamentos de ativação não foram atingidos os valores mínimos e máximos especificados para as Vp(s) e Va(s) e VF(s), mesmo quando foi utilizado o teor máximo de 5% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Isto pode ser atribuído à quantidade de quartzo e caulinita presente nas amostras, além da presença de esmectitas cálcicas e magnesianas.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores são gratos à Fazenda Campos Novos, à CAPES, ao Departamento de Geologia da UFRJ, ao CETEM, ao CBPF e a Embrapa Solos.

### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. ABNT. Solo - Análise Granulométrica Norma Brasileira NBR-7181. Associação de Normas Técnicas. São Paulo, 1984.

2. API. Norma API – American Petroleum Institute – Recommended Practice for Field Testing Water Based Drilling Fluids 13B-1. 2003.

3. BALTAR, C. A. M.; LUZ, A. B. da; OLIVEIRA, C. H. de; ARANHA, I. B. Caracterização, ativação e modificação superficial das bentonitas brasileiras. Editores: Baltar, C. A. M.; LUZ, A. B. da. Insumos minerais para perfuração de poços de petróleo. Rio de Janeiro: CETEM/UFPE, 2003. 91 p.

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

5. BRASIL, Departamento Nacional de Produção Mineral. T. M; NEVES, C. A. R. (Coords.). **Sumário Mineral**. Ministério das Minas e Energia. Brasília: DNPM/DIPLAM, 2011.

6. CALDASSO, A. L. **Novas ocorrências de argilas montmoriloníticas na Paraíba**. Simpósio de Geologia do Nordeste, SBG, Núcleo Nordeste. Recife, 1971.

7. CALDASSO, A. L. S. Jazida de Argila de Boa Vista - PB. Bol. Soc. Bras. Geol. v. 16, 1, 1979.

8. CPRM – SERVIÇO GEOLÓGICO DO BRASIL. Organizado por: João de Castro Mascarenhas, Breno Augusto Beltrão, Luiz Carlos de Souza Junior, Franklin de Morais, Vanildo Almeida Mendes, Jorge Luiz Fortunato de Miranda. **Projeto cadastro de fontes de abastecimento por água subterrânea. Diagnóstico do município de Cubati, estado da Paraíba**. Recife: CPRM/PRODEEM, 10p, 2005. 9. DANA, J. D. **Manual de Mineralogia**. 1ª edição. Rio de Janeiro, 529 p, 1978.

10. EMBRAPA. CNPS. Manual de métodos de análise de solo. 2ª ed. Rio de Janeiro, 1997.

11. EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. Sistema brasileiro de classificação de solos. Rio de Janeiro: EMBRAPA-SPI, II., 412 p, 2009.

12. ENNES, E. R; SANTOS, J. S. A. **Projeto Picuí**, **Relatório Final**. Brasil: Recife, CNEN/CPRM, 1975.

13. ENGLAND. Malvern Instruments Ltda. Operators Guide. 1998, 1999. MAN 0247: England, 108 p, 2003.

14. FAHN, R. The mining and preparation of bentonite. Interceram. Num. 3.2. 119 p., 1965.

15. GOLDSTEIN, J; NEWBURY D. E. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis- A text for biologist, Materials Scientist and Geologists. 2<sup>a</sup> ed. Plenum Press, New York, 1992.

16. GOPINATH, T. R.; SCHUSTER, H. D.; SCHUCKMANN, W. K. Modelo de ocorrência e gênese da argila bentonítica de Boa Vista, Campina Grande, Paraíba. Revista Brasileira de Geociências, v. 11, n. 3, pp. 185-192, 1981.

17. GOPINATH, T. R.; SCHUSTER, H. D.; SCHUCKMANN, W. K. Clay mineralogy and geochemistry of Continental bentonita and their geological implications Boa Vista, Campina Grande, Paraíba. Rev. Bras. Geoc., v. 18, n.3, pp. 345-352, 1988.

18. GRIM, R.E. **The Clay Mineral Concept**, American Ceramic Society Bulletin, n.44, pp. 687, 1965.

19. GRIM, R. E. Clay Mineralogy. McGraw-Hill Book Co. 2<sup>a</sup> ed. New York, 1968.

20. JACKSON, M. L. Soil Chemical Analysis. Advanced Cource. Univ. of Wisconsin, M d. 1965.

21. LIRA FILHO, D. P. **Perfil Analítico da Bentonita**. Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), boletim  $n^{o}$  4, 35 p. 1973.

22. LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; ARAÚJO NETO, M. A. UBM. Usinas de beneficiamento de minérios do Brasil. União Brasileira de Mineração. *In* SAMPAIO, J. A.; LUZ, A. B. da; LINS, F. A. F. (Editores), CETEM-MCTI, pp. 371-376, 2001.

23. MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; KIMINAMI, R. H. G. A.; FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: caracterização física-mineralógica. Revista Cerâmica, 2008.

24. MENEZES, R. R.; MELO, L. R. L.; FONSECA, F. A. S.; FERREIRA, H. S.; MARTINS, A. B.; NEVES, G. A. Caracterização de argilas bentoníticas do município de Sussego, Paraíba, Brasil. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, (2008).

25. MOORE, D. M.; REYNOLDS R. C. X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. 2 ed. Oxford, Oxford University Press, 396p., 1997.

26. PETROBRAS (a). Ensaio de Viscosificante para Fluido de Perfuração Base de Água na Exploração e Produção de Petróleo. Método, N-2605, Brasil, Rio de Janeiro, 1998a.

27. PETROBRAS (b). Viscosificante para Fluido de Perfuração Base de Água na Exploração e Produção de Petróleo, Especificação. N- 2604. Brasil, Rio de Janeiro, 1998b.

28. PINTO C. G; PIMENTEL, E. Consideração geoeconômicas sobre os depósitos argilosos de Boa Vista, PB. Relatório técnico. Recife, DNPM, 20 p, 1968.

29. SANTOS, P. de. S. **Tecnologias das argilas, aplicada às argilas brasileiras**. Vol. 1: Fundamentos. São Paulo: Edgard Blucher, 340 p., 1975.

30. SANTOS, P. de S. **Ciência e Tecnologia de Argilas.** Vol. 1. 2 ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1992.

31. SANTOS, R. D.; LEMOS, R. C.; SANTOS, H. G.; KER, J. C.; ANJOS, L. H. C. Manual de descrição e coleta de solo no campo. 5 ed. Viçosa: SBCS, 100p, 2005.

32. SANTOS FILHO, E. dos. **Caracterização de caulim da região do Rio Capim (PA).** Rio de Janeiro, 2010. 143 p. Dissertação de Mestrado - Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas.

33. SEMARH - SECRETARIA EXTRAORDINÁRIA DO MEIO AMBIENTE DOS RECURSOS HÍDRICOS E MINERAIS DO ESTADO DA PARAÍBA – SEMARH. Plano Diretor dos Recursos Hídricos da Bacia Hidrográfica do Rio Piranhas: Sub-bacia do Rio Seridó. Campina Grande: SEMARH, 165 p, 1999.

34. SILVA, A. A. **Contribuição ao estudo das bentonitas do município de Boa Vista, Estado da Paraíba**. São Paulo, 2011. 282 p. Tese de Doutorado - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

35. TONNESEN, D. A.; BERTOLINO, L. C.; LUZ, A. B.; SILVA, F. T.; TIMOTEO, D. M. O. Caracterização Mineralógica e Beneficiamento das Bentonitas da Região de Cubati e Pedra Lavrada-PB. Revista Holos, V. 1, Ano 28, 2012.

Manuscrito recebido em: 07 de Agosto de 2013 Revisado e Aceito em: 25 de Agosto de 2014