

# ESTUDOS TECNOLÓGICOS PARA APROVEITAMENTO DA ATAPULGITA DE GUADALUPE-PI

Série

Tecnologia Mineral

Nº 42

Seção Beneficiamento

Nº 27

Brasília

1988

MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA

Antonio Aureliano Chaves de Mendonça - Ministro de Estado

DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

José Belfort dos Santos Bastos - Diretor Geral

DIVISÃO DE FOMENTO DA PRODUÇÃO MINERAL

Sylvio Baeta Neves - Diretor

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Hedda Vargas Figueira - Superintendente

Autores : Adão Benvindo da Luz \*  
Salvador Luiz M. de Almeida \*\*  
Luciano Tadeu Silva Ramos \*

## ESTUDOS TECNOLÓGICOS PARA APROVEITAMENTO DA ATAPULGITA DE GUADALUPE -PI

Execução e elaboração do trabalho pelo  
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM  
Através do convênio DNPM/CPRM

\* Eng<sup>o</sup> de Minas  
\*\* Eng<sup>o</sup> Metalúrgico

Brasília

Publicação do Departamento Nacional da Produção Mineral  
Setor de Autarquias Norte  
Quadra 01 - Bloco B - Telex (061)III6  
70.000 - Brasília (DF) - Brasil

Copyright 1988  
Reservados todos os direitos  
Permitida a reprodução, desde que mencionada a fonte

Depósito Legal  
Biblioteca Nacional do Rio de Janeiro  
Instituto Nacional do Livro

Brasil. DNPM

Estudos tecnológicos para aproveitamento da a  
tapulgita de Guadalupe-PI./A.B. da Luz, S.L.M. de  
Almeida, L.T.S. Ramos. - Brasília, 1988.

...P.:il.- (Brasil, DNPM. Série Tecnologia Mi  
neral, 42. Seção Beneficiamento, 27)

"Trabalho executado pelo Centro de Tecnologia  
Mineral, através do Convênio DNPM/CPRM".

Inclui bibliografia.

1. Tecnologia Mineral - Brasil. II. Luz, A.B.  
da. III. Almeida, S.L.M. IV. Ramos, L.T.S. V.  
Centro de Tecnologia Mineral, Rio de Janeiro.  
VI. Título. VII. Série.

CDD 622.7  
CDU 622.2(81)

## SUMÁRIO

### RESUMO

### ABSTRACT

Páginas

1. Introdução .....	01
2. Revisão da Literatura .....	01
3. Amostragem .....	05
4. Caracterização Tecnológica .....	07
5. Ensaio de Laboratório p/Fluido de Perfuração .....	15
5.1 - Viscosidade Aparente .....	15
5.2 - Rendimento das Atapulgitas .....	22
5.3 - Classificação das Atapulgitas .....	23
6. Ensaio de Laboratório para Descoramento de Óleos...	25
6.1 - Descoramento de Óleo Mineral .....	25
6.2 - Descoramento de Óleo Vegetal .....	30
7. Comentários Gerais e Conclusões .....	37
8. Sugestões .....	39
9. Referências Bibliográficas .....	42

## RESUMO

São apresentados os resultados de ensaios de laboratório realizados no CETEM, com 4 (quatro) amostras de atapulgita provenientes de diferentes depósitos situados no município de Guadalupe-PI, relativos ao processamento dessas, para fluido de perfuração na plataforma continental e como descoramento de óleos vegetais e minerais. Para fluido de perfuração, apenas as amostras de São Pedro e Grotão do Angico apresentaram resultados promissores, atingindo o limite mínimo de viscosidade aparente (15cP). Nos estudos para descoramento de óleos minerais, todas as 4 (quatro) amostras estudadas descoraram o óleo mineral no nível requerido (cor ASTM  $\leq 4,5$ ). Quanto ao descoramento dos óleos vegetais estudados, de uma maneira geral, as atapulgitas apresentaram resultados animadores, ressaltando-se a amostra de Boa Vista com desempenho próximo das argilas padrão ("TONSIL" e TAUBATÉ). A argila Boa Vista foi também testada em escala industrial no descoramento de óleo de algodão sendo os resultados obtidos bastante promissores.

## ABSTRACT

This paper presents the results of laboratory testwork performed by the "CETEM - CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL" in order to establish a preliminary flowsheet to process atapulgite samples from "Guadalupe-PI", to be used as off-shore well drilling fluid and decolorizing of mineral and vegetable oils. Only the "São Pedro" and "Grotão do Angico" samples presented promising results for oil well drilling fluid. In this case it was obtained the minimum limit of apparent viscosity recommended by the oil drilling industry (15cP). All the four samples studied in this work reached the industrial standard required for decolorizing mineral oil (ASTM color  $\leq 4.5$ ). Moreover the atapulgite samples also presented promising results as vegetable oil decolorizing but only "Boa Vista" sample could be compared in terms of performance related to standard clay (TONSIL and "TAUBATÉ"). "Boa Vista" clay was also tested in industrial scale as cotton oil decolorizing and presented promising results.



## 1. INTRODUÇÃO

O objetivo do presente trabalho foi realizar um estudo de caracterização tecnológica e processamento da atapulgita de Guadalupe-PI, visando, principalmente, a sua utilização industrial na perfuração de poços de petróleo, na plataforma continental e no descoramento de óleos vegetais e minerais. Este estudo foi desenvolvido por solicitação do Departamento Nacional da Produção Mineral-DNPM, que apoiou a sugestão de projeto apresentado pelos técnicos do 10º Distrito/DNPM - Fortaleza. A justificativa deste estudo deve-se à potencialidade do mercado nacional para fluidos de perfuração na plataforma continental, onde a atapulgita poderá substituir, com vantagens, a bentonita atualmente empregada. O mercado para descoramento de óleos é também promissor, tendo em vista que a única "terra fuller" (argila de Taubaté-SP) oferecida pelo mercado nacional não substitui, integralmente, as argilas ativadas importadas, do tipo "TONSIL", além de ficar distante do Nordeste, que também é um mercado que não pode ser descartado.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

Lapparent (1935) deu o nome de atapulgita a uma "terra fuller" descoberta em Attapulgius, Geórgia (EUA) e Mormoiron, França, por achar que essa espécie mineral era diferente da Paligorsquita. Esta, no entanto, foi originalmente descoberta na União Soviética em 1861, nos Montes Urais, na Série Palygorsk, resultando o nome original de Paligorsquita. Esta denominação é hoje aceita pela comunidade científica, após concluírem, através da utilização de técnicas mais modernas (difração de Raios X, microsonda eletrônica e análise termodiferencial) que paligorsquita e atapulgita dizem respeito a uma mesma espécie mineral. Apesar disso, persiste o nome atapulgita na literatura dos Estados Unidos da América (1,2).

No Brasil, existem registros sobre ocorrências de atapulgita (Santos-SP, Marília-SP, Rubião Junior-SP, Ponte Alta-MG); no entanto, até o momento, estas não apresentaram valor comercial. A indústria Mendes, de Sorocaba-SP, chegou a industrializar um produto, sob o nome de "Atapol", para diluente primário

de inseticida, mas a matéria-prima usada, atapulgita de Ponte Alta-MG, já se esgotou<sup>(1,3)</sup>.

Há pouco tempo atrás (1982), no município de Nova Guadalupe (Fazenda Atoleiro), Estado do Piauí, foi descoberta, de uma maneira acidental, uma ocorrência de atapulgita, com boas possibilidades de valor comercial. Essa descoberta aconteceu por ocasião da abertura de poços amazonas, para captação d'água. O material resultante das escavações, depois de seco ao sol, apresentava uma baixa densidade aparente e hidratação ao contato com a língua. A seguir, foram tomadas amostras e enviadas à Companhia de Desenvolvimento do Estado do Piauí-COMDEPI e, posteriormente, à SUDAM, que identificou a argila como atapulgita. Diante desta constatação, foram requeridas várias áreas para pesquisa geológica, culminando com a descoberta de uma série de depósitos, alguns destes em fase de caracterização tecnológica no CETEM<sup>(4)</sup>.

A atapulgita e a sepiolita (grupo das hormitas) são argilominerais constituídos por silicatos de magnésio hidratado, podendo apresentar substituições isomórficas parciais do magnésio por alumínio e/ou ferro, caracterizando-se como uma estrutura ripiforme, semelhante à dos anfibólios. A atapulgita é um silicato hidratado de magnésio, cuja fórmula mais aproximada de cada célula unitária cristalina é:  $R_5Si_8O_{20}(OH)_2(OH_2)_4 \cdot 4H_2O$ . O "R" desta fórmula é o cátion  $Mg^{2+}$ , substituível parcialmente por  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$  e  $Fe^{3+}$  (1). A atapulgita, quando comparada com outras argilas industriais (bentonita, caulinita etc), apresenta: alta superfície específica, alta sorção, poder descorante, manutenção das propriedades tixotrópicas na presença de eletrólitos etc. Isso confere à atapulgita propriedades adequadas aos seus diferentes usos industriais<sup>(5)</sup>:

- . Fluido de perfuração de poços de petróleo em ambientes marinhos ou em perfurações que atravessem camadas de sais solúveis;

- . Descorante de óleos vegetais, minerais e animais;

- . Refino e processamento químico de derivados de petróleo;



. Indústrias de: tinta, farmacêutica, defensivos agrícolas, recuperação secundária de papel, adsorventes para limpeza de pisos, adesivos e colas;

. Agente condicionante de fertilizantes e resinas;

. Agente tixotrópico estabilizante para carga de plástico;

. Purificação de águas domésticas e industriais e

. Suporte catalítico.

### Fluido de Perfuração

A atapulgita é utilizada em fluidos de perfuração, quando atravessa formações que contenham sais de sódio, cálcio, magnésio etc., em substituição à bentonita. Esta, ao saturar-se com esses sais, faz com que o fluido de perfuração tenda a flocular, perdendo as propriedades tixotrópicas<sup>(5,6)</sup>. A atapulgita também é utilizada na perfuração de poços de petróleo na plataforma continental, porque permite a utilização da própria água do mar, na preparação da lama, sem que a mesma perca suas propriedades tixotrópicas. Para esse tipo de uso, a PETROBRÁS, até cerca de 2 anos atrás, importava atapulgita, com os nomes comerciais de "Zeogel" e "Brinegel". Hoje já existem soluções técnicas para utilizar bentonita na perfuração de poços na plataforma. Isto é possível, desde que exista disponibilidade de água doce para pré-hidratação da argila na preparação da lama. A seguir, esta é condicionada com NaOH e lignosulfonato de sódio (dispersante) e, finalmente, completando-se a preparação com adição de água do mar<sup>(7)</sup>. Essa é uma das soluções ainda empregada pela PETROBRÁS, embora algumas empresas (Bentonita União, União Brasileira de Mineração-UBM etc) já estejam fornecendo lotes de atapulgita para avaliação industrial em fluidos de perfuração, na plataforma continental.

Normalmente, o beneficiamento de atapulgita para fluido de perfuração consiste, apenas, de britagem/secagem/moagem. Eventualmente, poderá sofrer algum processamento, visando a remoção de materiais não argilosos. A atapulgita para fluido de perfuração deverá apresentar as especificações requeridas pelas

normas API (American Petroleum Institute); porém, no caso do Brasil, essas especificações já constam de normas da PETROBRÁS<sup>(8)</sup>. Quando a atapulgita não atinge as especificações de viscosidade (rendimento) requeridas, esta poderá ser aumentada através da ativação com MgO hidratável ou Mg(OH)<sub>2</sub>, em adições em torno de 1,5% (peso)<sup>(9)</sup>. A magnésia cáustica calcinada é o aditivo adequado a este tipo de ativação. Reagentes orgânicos, tais como polímeros (Carboxil-Metil-Celulose), têm sido usados no processamento da atapulgita, visando aumentar a sua viscosidade; no entanto, as normas da PETROBRÁS não admitem esse tipo de processamento<sup>(8)</sup>.

### Argilas Descorantes

Vários estudos tecnológicos têm sido realizados no Brasil com argilas nacionais, visando a sua aplicação como agentes descorantes de óleos vegetais, minerais e animais<sup>(10,11 e 12)</sup>.

As argilas descorantes são classificadas em três tipos: "terra fuler", argilas ativadas e bauxitos ativados. A literatura registra muitas controvérsias acerca do termo "terra fuler". Ladoo e Myers (1953) advogam o termo "terra fuler" para denominar argilominerais que, sem nenhum tratamento térmico ou químico, já possuem naturalmente a capacidade de descorar óleos vegetais, minerais e animais. As atapulgitas americanas de Attapul<sup>gus</sup>, na Geórgia, e de Quincy, na Flórida, comercializadas com os nomes de "Attaclay" e "Floridina", são exemplos de "terra fuler" registrados pela literatura. A ativação ácida dessas atapulgitas, para melhorar o seu poder descorante, não se mostrou efetiva, bem como para a de Ponte Alta-MG<sup>(14)</sup>.

Por outro lado, uma ativação térmica entre 200<sup>o</sup> e 400<sup>o</sup>C poderá promover uma desidratação e/ou desidroxilação da atapulgita, aumentando a superfície específica e capacidade de adsorção, o que é muito benéfico para melhorar o poder descorante da argila<sup>(1,5)</sup>. Este, segundo Grim, está relacionado com a presença de H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> e Al<sup>+3</sup> como cátions trocáveis<sup>(12)</sup>.

A argila de Taubaté-SP pode ser considerada como uma "terra fuler", pois no seu estado natural já possui propriedades de descoramento de óleos. A sua composição mineralógica mais provável registrada pela literatura é montmorilonita, ilita



e caulinita<sup>(12)</sup>. É utilizada na indústria no descoramento de óleos vegetais e minerais, com resultados favoráveis. Entretanto, quando se trata de descoramento de certos óleos vegetais (óleos de milho, de algodão etc), não pode ser comparada ao tipo "TON SIL", principalmente no que diz respeito ao descoramento de corante vermelho.

Argilas montmoriloníticas cálcicas, que no seu estado natural têm um baixo poder descorante, poderão, através de uma ativação ácida ( $H_2SO_4$  ou HCl), melhorar o seu poder descorante<sup>(13)</sup>.

### 3. AMOSTRAGEM

Existem, no município de Guadalupe-PI, entre 20 e 30 pedidos de pesquisa geológica para atapulgita. Duas empresas (União Brasileira de Mineração-UBM e Mineração Pedra Lavrada-MPL), que exploram bentonita na Paraíba, são detentoras de algumas áreas de pesquisa. A maioria destas está situada num raio de, no máximo, 20km da cidade de Guadalupe. À época da amostragem (maio/1985), não se tinha ainda conhecimento das reservas, tendo em vista que as pesquisas geológicas estavam em andamento. A maioria dos depósitos ocorre na forma de bolsões, atingindo uma espessura de até 6m, e normalmente com uma cobertura de laterita variando de 1 a 3m.

Para o presente estudo, foram selecionadas quatro áreas para a amostragem, de maneira que essas fossem representativas dos diferentes tipos de depósitos conhecidos na região. Um outro critério, também levado em consideração, é que esses depósitos selecionados fossem aflorantes e já existisse algum tipo de escavação, para facilitar a amostragem. Assim sendo, foram selecionados os seguintes depósitos:

- . Fazenda São Pedro;
- . Grotão do Angico;
- . Fazenda Boa Vista (Cemitério) e
- . Terra Branca.

#### 4. CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

##### a) Preparação das Amostras

As quatro amostras de atapulgita de Guadalupe-PI, ao chegarem ao CETEM, continham as seguintes umidades, "in natura":

. Fazenda São Pedro.....	28%
. Grotão do Angico .....	29%
. Fazenda Boa Vista (Cemitério) .....	26%
. Terra Branca .....	19%

A seguir, cada uma destas foi seca ao sol, britada e homogeneizada, de acordo com o fluxograma da figura 1.

##### b) Análise Granulométrica

Foram realizadas análises granulométricas a úmido das 4 (quatro) amostras de atapulgita, precedidas de uma pré-hidratação e escrubagem do material, nas seguintes condições:

- . Granulometria da amostra: abaixo de 10 malhas
- . Hidratação: 50% sólidos durante 24 horas
- . Escrubagem: - Percentagem de sólidos: 30%  
- Rotação do rotor: 1800rpm  
- Tempo de escrubagem: 60 minutos

Os resultados obtidos são mostrados na tabela 1, onde observa-se que cerca de 80% do material encontram-se abaixo de 200 malhas.

##### c) Mineralogia

O estudo mineralógico, realizado ao microscópio ótico nas quatro amostras de argila (Fazenda São Pedro, Grotão do Angico, Boa Vista e Terra Branca), evidenciou uma certa homogeneidade entre os minerais presentes. A seguir, estudos realizados através de difração de Raios X e DTA (Figuras 2 e 3) mostraram que essas são constituídas, essencialmente, por minerais de argila (atapulgita e caulinita) e quartzo.

Embora em pequena quantidade, foram observados



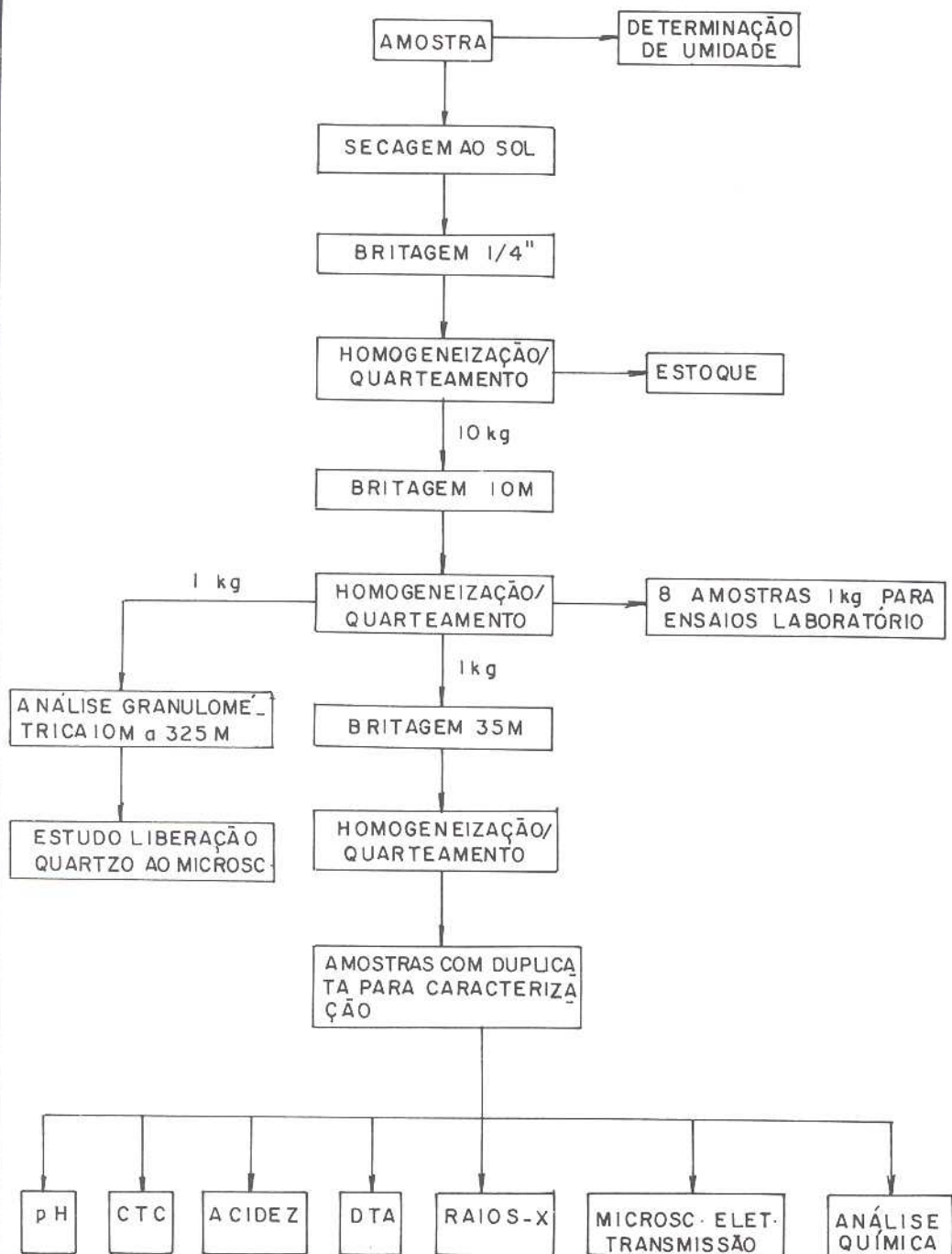


FIG. 1 — FLUXOGRAMA UTILIZADO NA PREPARAÇÃO DAS QUATRO AMOSTRAS DE ATAPULGITA.

FRAÇÃO (MALHAS)	SÃO PEDRO		GROTÃO DO ANGICO		BOA VISTA		TERRA BRANCA	
	PESO (%)	PESO ACUM.	PESO (%)	PESO ACUM.	PESO (%)	PESO ACUM.	PESO (%)	PESO ACUM.
10 x 35	3,0	3,0	3,6	3,6	12,1	12,1	3,9	3,9
35 x 48	3,7	6,7	3,8	7,4	3,5	15,6	4,4	8,3
48 x 65	3,9	10,6	4,3	11,7	2,1	17,7	3,9	12,2
65 x 100	2,9	13,5	3,4	15,1	2,3	20,0	3,4	15,6
100 x 150	2,8	16,3	3,1	18,2	2,2	22,2	2,7	18,3
150 x 200	2,0	18,3	1,9	20,1	1,6	23,8	2,1	20,4
200 x 270	0,9	19,2	1,2	21,3	1,4	25,2	1,8	22,2
270 x 325	0,6	19,8	0,6	21,9	0,9	26,1	1,2	23,4
-325	80,2	100,0	78,1	100,0	73,9	100,0	76,6	100,0

Tabela 1 - Análise granulométrica via úmida das amostras britadas a 10 malhas.

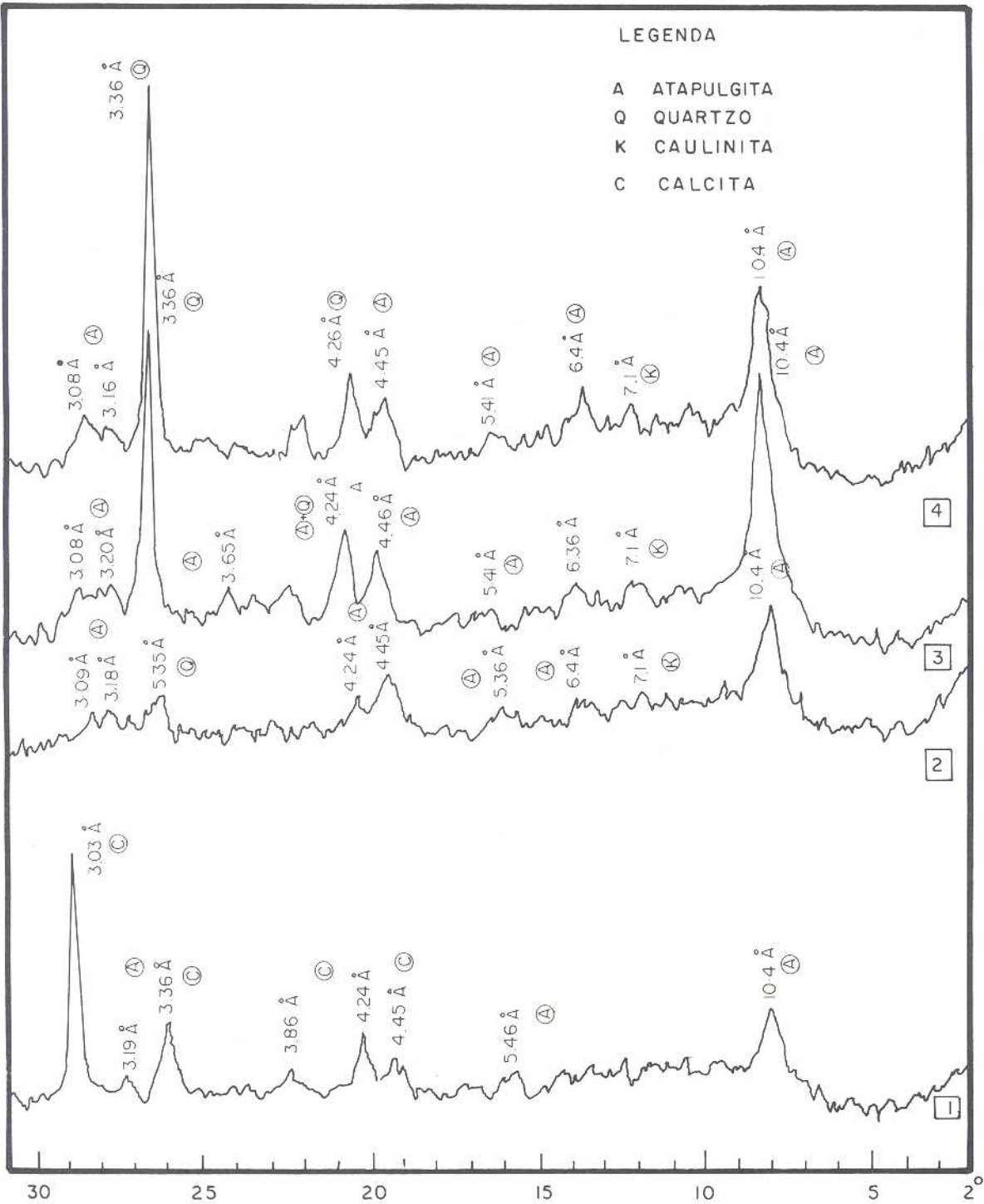
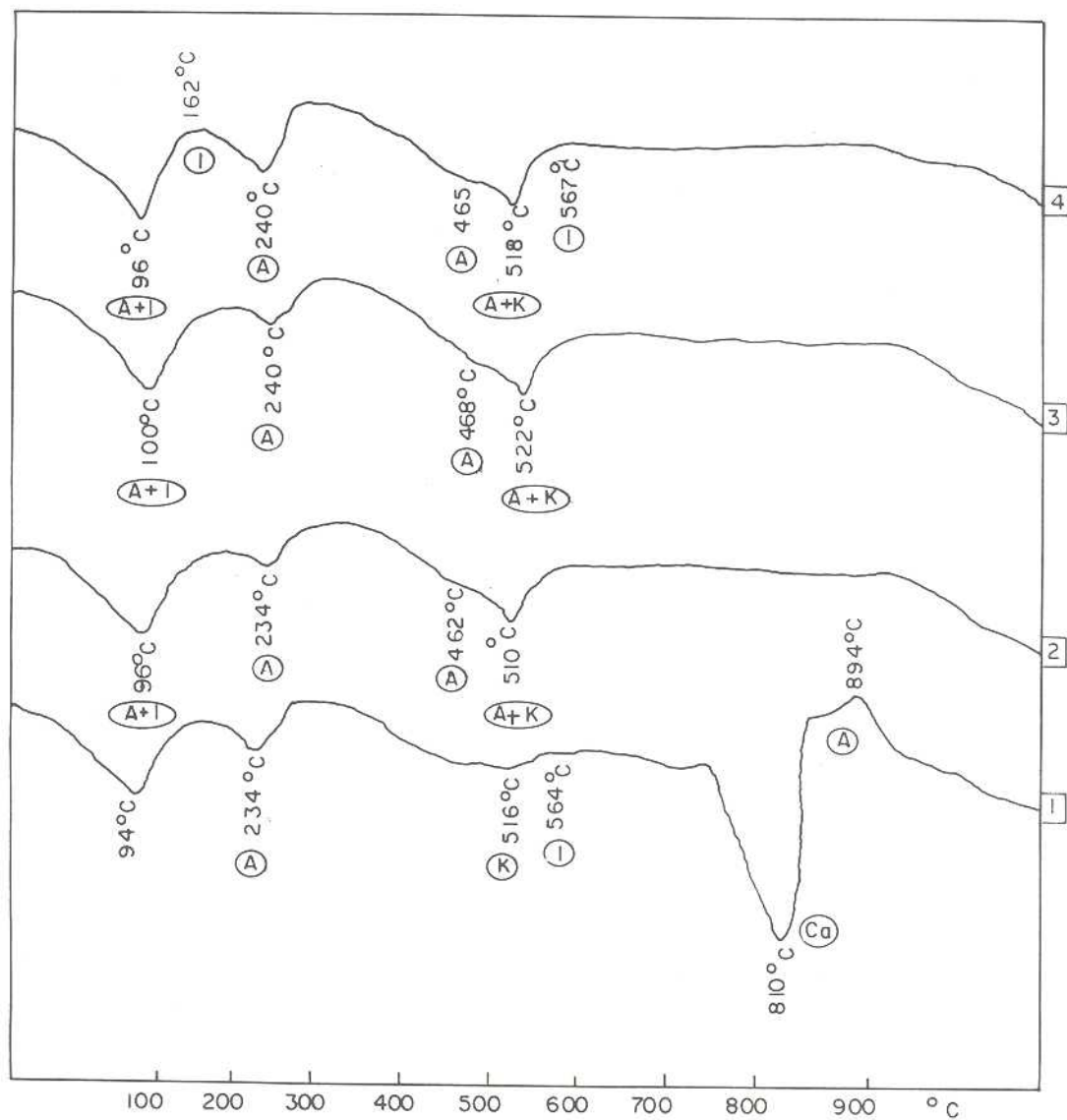


FIG. 2 — DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X DA ATAPULGITA GUADALUPE-PI: [1] TERRA BRANCA  
[2] BOA VISTA, [3] GROTÃO DO ANGICO, [4] SÃO PEDRO.



LEGENDA

- A - ATAPULGITA
- Ca - CALCITA
- I - ILITA
- K - CAULINITA

Fig. 3- Termogramas das atapulgitas Guadalupe - PI: [1] Terra Branca; [2] Boa Vista; [3] Grotão Angico; [4] São Pedro;



grãos pretos, provavelmente matéria orgânica, e, em quantidades menores, grãos de sulfetos (pirita e mais raramente pirrotita), óxidos de ferro, turmalina, micas, rutilo, feldspato (microclina e plagioclásio).

Cada uma das frações granulométricas das 4 (quatro) amostras britadas a 10 malhas foi examinada ao microscópio ótico, constatando-se que, abaixo dessa granulometria, a quase totalidade dos minerais presentes está liberada; no entanto, existe uma pequena percentagem de partículas aglomeradas. Constatou-se também que, de uma maneira geral, a percentagem de quartzo diminui com a granulometria. Isso foi comprovado, a seguir, através da determinação da percentagem de quartzo, por difração de Raios X, na amostra global e na fração abaixo de 200 malhas (ver tabela 2). Estes dados indicam que é possível reduzir o teor de quartzo, através de uma escrubagem, seguida de classificação.

AMOSTRAS	QUARTZO (% PESO)	
	AMOSTRA GLOBAL	FRAÇÃO -200 MALHAS
SÃO PEDRO	20,4	< 5
GROTÃO DO ANGICO	24,7	< 5
BOA VISTA	5,2	< 5
TERRA BRANCA	19,2	< 5

Tabela 2 - Teor de quartzo na amostra global (Head Sample) e fração -200 malhas.

#### d) Análise Termodiferencial - DTA

Foi utilizado um equipamento nas seguintes condições:

- . Velocidade do papel: 5mm/min
- . "Range": 50V
- . "Slope": 0,75
- . "Rate": 20<sup>o</sup>K/min
- . Peso amostra: 30mg

As amostras São Pedro, Grotão do Angico e Boa Vista, apresentaram um padrão de termograma muito semelhante (Figura 3). Inicia com um pico endotérmico de média a forte intensidade, começando o efeito a  $60^{\circ}\text{C}$  e terminando a  $160^{\circ}\text{C}$ , com um máximo em torno de  $96^{\circ}\text{C}$ . Esse efeito endotérmico é comum à maioria dos minerais de argila, e corresponde a perda de umidade e d'água absorvida entre as camadas. Segue um pico endotérmico entre  $200$  e  $300^{\circ}\text{C}$ , com um máximo por volta de  $240^{\circ}\text{C}$ , terminando com pequena banda exotérmica, que corresponde ao mineral atapulgita. Ocorre também um efeito endotérmico de intensidade média alargada, começando em  $450^{\circ}\text{C}$  e terminando em  $600^{\circ}\text{C}$ , com máximo em  $468^{\circ}\text{C}$  e  $517^{\circ}\text{C}$ , aproximadamente. Os minerais do grupo da caulinita, grupo das micas e quartzo, apresentam reações endotérmicas nessa região, o que impede a detecção desses minerais em uma mistura, e torna o método inferior à difração de Raios X. Os termogramas não apresentaram os picos endo-exotérmicos de alta temperatura característico das atapulgitas.

O termograma da amostra Terra Branca (Fig. 3), da mesma forma que as anteriores, apresentou uma reação endotérmica de intensidade média, começando a  $60^{\circ}\text{C}$  e terminando a  $160^{\circ}\text{C}$ , com um máximo de  $94^{\circ}\text{C}$ . Observou-se ainda uma reação endotérmica com início em torno de  $200^{\circ}\text{C}$ , com um máximo de  $234^{\circ}\text{C}$ , terminando com um pequeno efeito exotérmico, que corresponde ao mineral atapulgita. Entre  $420$  e  $600^{\circ}\text{C}$  ocorre um efeito endotérmico mal definido e pouco intenso, com dois máximos a  $516$  e  $564^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. Ocorre ainda uma reação endotérmica intensa, começando em  $732^{\circ}\text{C}$  e terminando em  $846^{\circ}\text{C}$ , com um máximo de  $810^{\circ}\text{C}$ , que corresponde a carbonato. Finalmente aparece um efeito exotérmico pouco pronunciado, com um máximo de  $894^{\circ}\text{C}$ , que corresponde ao mineral atapulgita.

#### e) Capacidade de Troca Catiônica/pH/Acidez

Foi determinada a capacidade de troca catiônica (CTC), acidez e pH, cujos resultados são apresentados na tabela 3.

Segundo a bibliografia consultada<sup>(14)</sup>, a CTC dos minerais da série atapulgita/sepiolita está entre 20 e 30 meq/100g; no entanto, os valores encontrados para as atapulgitas es

tudadas são inferiores (5 a 15meq/100g), e talvez isto possa ser atribuído à presença de minerais do grupo da caulinita.

O pH encontrado para as atapulgitas estudadas foi ligeiramente neutro, excetuando-se a de Terra Branca, que apresentou um valor de pH de 9,4 atribuído à presença de calcita na amostra. O pH de 5,3 encontrado para o "TONSIL" é uma das indicações de que se trata de uma argila ativada com ácidos<sup>(11)</sup>.

AMOSTRA	CTC (meq/100g)	ACIDEZ*	pH
São Pedro	5,8	0,15	7,1
Grotão do Angico	5,1	0,15	7,1
Boa Vista	6,1	0,30	6,9
Terra Branca	15,3	ND	9,4
Tonsil	ND	ND	5,3
Taubaté	ND	ND	9,0

Tabela 3 - Troca catiônica/pH/acidez de argilas nacionais e estrangeiras.

\* ml de NaOH 0,1N

ND - Não determinado

#### f) Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET

A mineralogia foi completada através de microscopia eletrônica de transmissão, onde foi confirmada a presença da atapulgita, pela sua estrutura ripiforme.

#### g) Análise Química

Foram realizadas análises químicas de cada uma das amostras (Tabela 4), constatando-se que a sua composição química aproxima-se dos valores registrados na literatura para a atapulgita. A única discrepância é para a amostra Terra Branca, que possui uma quantidade elevada de carbonato (17%).

ATAPULGITA	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	P.F.	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
SÃO PEDRO	4,88	0,10	5,20	0,05	1,41	60,28	12,61	0,86	14,91	4,78
GROTÃO DO ANGICO	5,82	0,14	5,83	0,03	1,14	65,31	9,77	0,85	10,35	6,68
BOA VISTA	8,10	0,13	4,51	0,06	2,52	54,50	13,75	0,62	9,49	3,96
TERRA BRANCA	3,50	17,42	3,39	0,05	1,46	42,48	8,18	0,71	20,27	5,19

Tabela 4 - Análise química da amostra global (Head Sample) em base seca.

\* P.F.: Perda ao fogo.



## 5. ENSAIOS DE LABORATÓRIO PARA FLUIDO DE PERFURAÇÃO

### 5.1 - Viscosidade Aparente

A partir dos dados de caracterização mineralógica, ficou comprovado que as quatro amostras estudadas são de atapulgita. Esta, para ser utilizada em fluido de perfuração na plataforma continental, deverá atender às seguintes especificações (N-1969 - PETROBRÁS):

- . Viscosidade aparente (cP)\*: 15 (mínimo)
- . Teor de quartzo (% peso): 8 (máximo)
- . Resíduo peneira 0,075mm (% peso): 8 (máximo)
- . Umidade (%): 16 (máximo).

Os estudos para fluido de perfuração se ativeram às especificações de viscosidade aparente e teor de quartzo, já que em todos os ensaios foram utilizadas amostras atendendo as especificações de resíduo (granulometria) e umidade. Dessa forma, o presente estudo foi desenvolvido segundo as linhas:

- . Amostra moída;
- . Amostra classificada;
- . Amostra ativada e
- . Amostra extrudada.

Todos os ensaios de viscosidade foram realizados seguindo os procedimentos constantes na Norma PETROBRÁS (N-1967). Todas as amostras utilizadas nos ensaios estavam abaixo de 10 malhas (Fig. 1).

#### a) Amostra Moída

Foram determinadas as viscosidades aparentes das quatro amostras, usando-se 34,6g de atapulgita natural, moída a seco abaixo de 200 malhas. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 5.

\* cP = Centipoise

AMOSTRA	VISCOSIDADE APARENTE (cP)
São Pedro	6,0
Grotão do Angico	4,5
Boa Vista	3,0
Terra Branca	4,5

Tabela 5 - Viscosidade aparente da atapulgita natural moída a baixo de 200 malhas.

Pelos resultados obtidos, constatou-se que nenhuma das amostras estudadas, nas condições ensaiadas, atingiu o limite mínimo de viscosidade (15 cP) para fluido de perfuração. Uma das razões para a baixa viscosidade obtida pode ser atribuída ao alto teor de quartzo detectado na caracterização mineralógica (Tabela 2).

#### b) Amostra Classificada

Os estudos de caracterização mostraram que o teor de quartzo diminui com a granulometria. Desta forma, as amostras utilizadas nesses ensaios foram pré-hidratadas/escrubadas/classificadas abaixo de 200 malhas, de acordo com o fluxograma da Figura 4.

Foram determinadas as viscosidades aparentes das quatro amostras, usando-se 34,6g de atapulgita, material classificado abaixo de 200 malhas. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 6.

AMOSTRA	VISCOSIDADE APARENTE (cP)
São Pedro	17,0
Grotão do Angico	9,5
Boa Vista	4,5
Terra Branca	7,5

Tabela 6 - Viscosidade aparente da atapulgita classificada abaixo de 200 malhas.

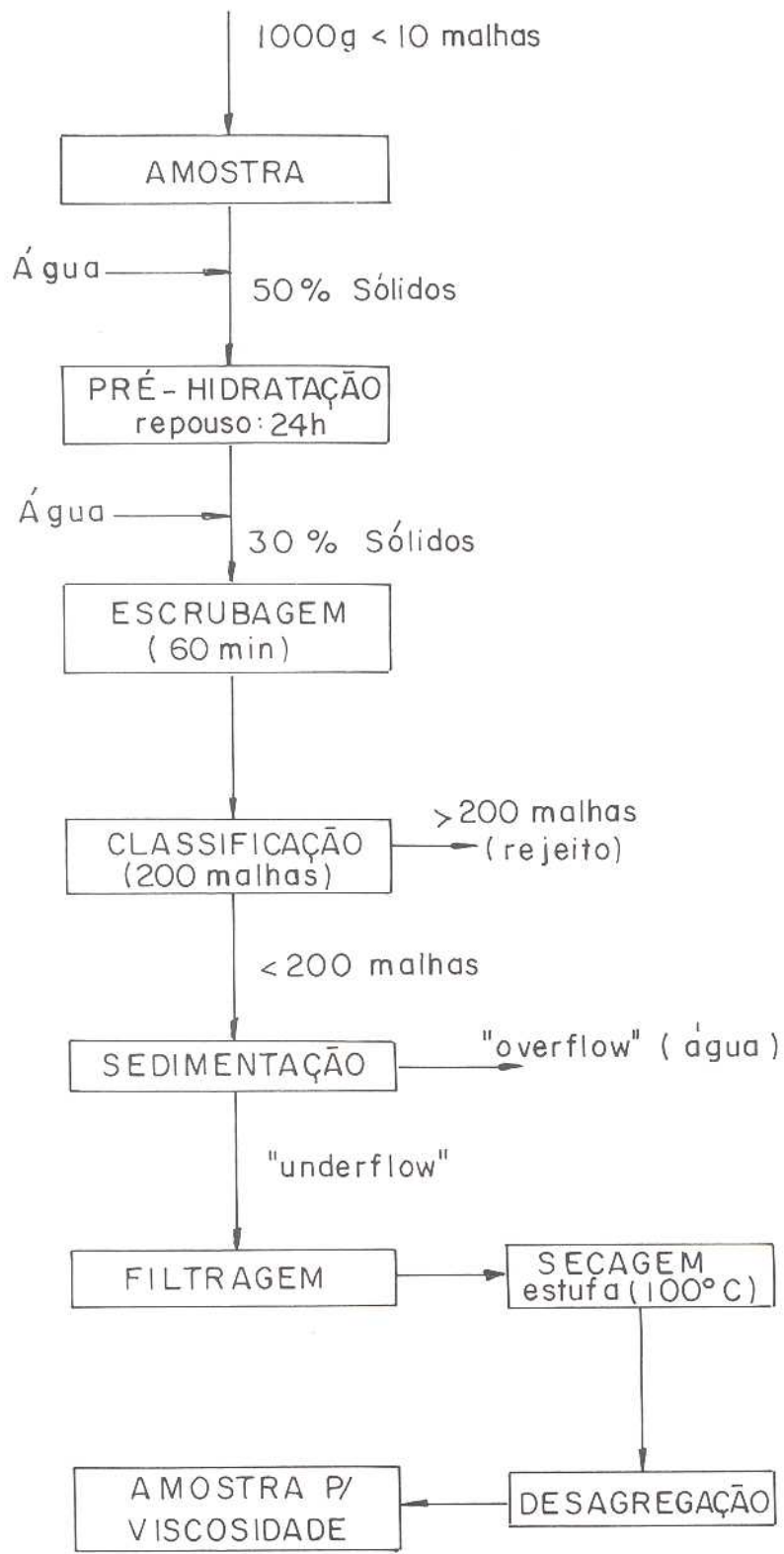


Fig. 4 — FLUXOGRAMA UTILIZADO PARA DIMINUIR O TEOR DE QUARTZO NA ATAPULGITA

De acordo com os resultados obtidos, verifica-se que somente a atapulgita São Pedro atinge as especificações para fluido de perfuração.

### c) Amostra Ativada

Como, nos estudos até agora desenvolvidos, apenas a atapulgita São Pedro atingiu as especificações mínimas de viscosidade requerida, decidiu-se por um estudo de ativação, através da adição de MgO e/ou CaO.

Inicialmente foi usada a atapulgita São Pedro para definir a forma de ativação (seca ou úmida), bem como a adição mais efetiva do reagente.

Condições dos ensaios:

- . Amostra classificada abaixo de 200 malhas
- . Ativação a úmido (40% de umidade)
- . Tempo de cura de 72 horas
- . CaO (seco) abaixo de 200 malhas
- . MgO (seco) abaixo de 200 malhas

As amostras foram ativadas de acordo com o fluxograma da Figura 5.

Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 7 e Figura 6.

Pelos resultados obtidos, verificou-se que a ativação com MgO e/ou CaO aumenta a viscosidade aparente da atapulgita São Pedro, sendo o melhor resultado com óxido de magnésio a úmido e na proporção 1,5% MgO, onde a viscosidade aparente aumentou de 17 para 27 cP.

Nas melhores condições obtidas na ativação com MgO, foi testada também a ativação da atapulgita São Pedro com a magnésia cáustica calcinada, fornecida pela empresa Magnesita com a identificação M<sub>30AR</sub>, e cujo preço é bem inferior ao óxido de magnésio. Os resultados são apresentados na Tabela 8.



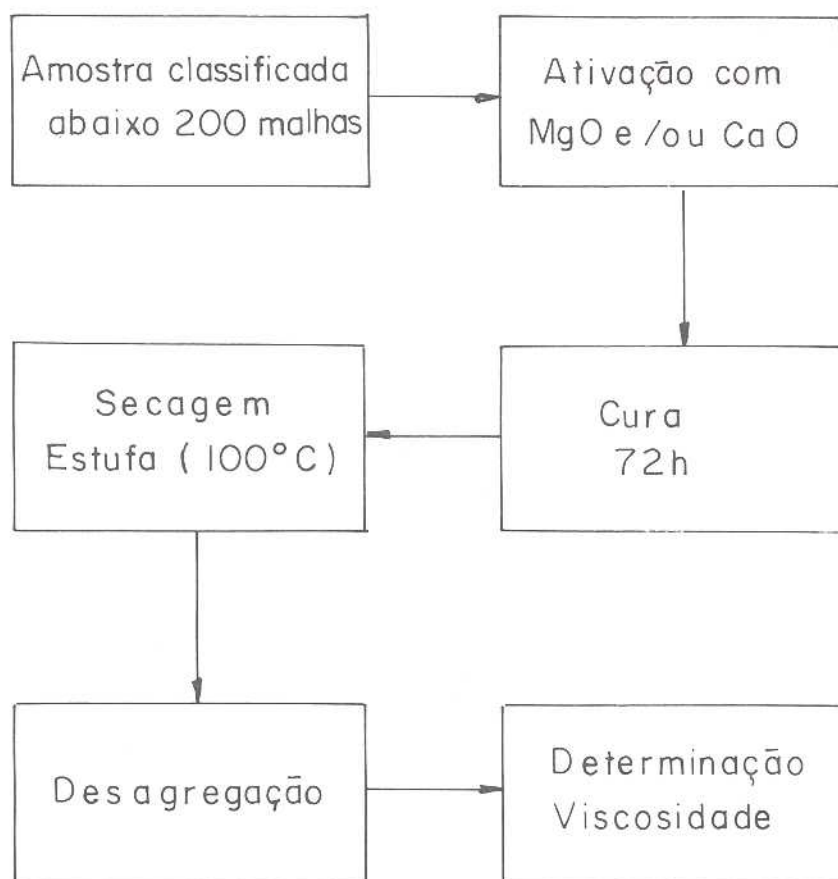


Fig. 5 – Fluxograma utilizado para ativação da atapulgita

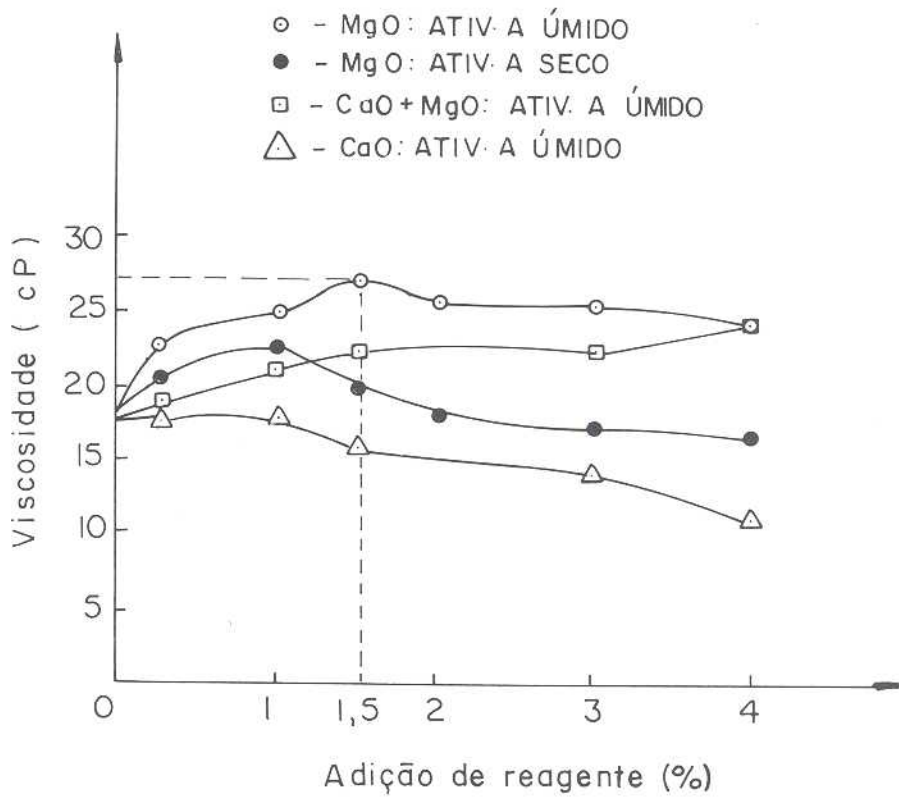


Fig. 6 - Influência do MgO/ CaO na viscosidade aparente da atapulgit São Pedro.

REAGENTE	PERCENTAGEM (PESO)	TIPO ATIVAÇÃO	VISCOSIDADE APARENTE (cP)
MgO	0,25	SECO	20,5
	1,0		22,5
	1,5		20,0
	2,0		18,5
	3,0		17,5
	4,0		17,0
MgO	0,25	ÚMIDO	23,0
	1,0		25,5
	1,5		27,0
	2,0		26,0
	3,0		25,5
	4,0		24,5
CaO	0,25	ÚMIDO	18,5
	1,0		17,5
	1,5		16,5
	3,0		14,5
	4,0		13,5
MgO + CaO	0,13 + 0,13	ÚMIDO	19,0
	0,5 + 0,5		21,0
	0,75 + 0,75		22,5
	1,5 + 1,5		22,5
	2,0 + 2,0		24,0

Tabela 7 - Viscosidade aparente da atapulgita São Pedro ativada.

AMOSTRA	ATIVAÇÃO (1,5% PESO)	VISCOSIDADE APARENTE (cP)
SÃO PEDRO	MgO	27
	M <sub>30</sub> AR	30

Tabela 8 - Comparação da ativação da atapulgita São Pedro com MgO e M<sub>30</sub>AR.

Esses resultados mostraram que a ativação com a magnésia cáustica calcinada foi mais efetiva do que com MgO. Em vista disso, os ensaios de ativação com as outras atapulgitas foram realizados com o seu uso. Os resultados são apresentados na tabela 9.

% M <sub>30AR</sub>	GROTÃO ANGICO VAP (cP)	BOA VISTA VAP (cP)	TERRA BRANCA VAP (cP)
0,25	13,0	5,5	9,0
1,0	16,5	5,5	10,5
1,5	17,0	5,5	10,0
3,0	15,5	5,5	9,5
4,0	14,5	5,0	9,5
SEM ATIVAÇÃO	9,5	4,5	7,5

Tabela 9 - Influência da ativação (M<sub>30AR</sub>) na viscosidade aparente da atapulgita.

Constatou-se, pelos resultados obtidos, que a ativação foi efetiva apenas para a atapulgita Grotão do Angico, com o melhor desempenho na proporção de 1,5% de M<sub>30AR</sub>, onde a viscosidade aparente aumentou de 9,5 para 17 cP.

#### d) Amostra Extrudada

Foi testada a influência da extrudagem na viscosidade aparente em uma das amostras (São Pedro), ativada com MgO. Os resultados obtidos não se mostraram efetivos (Tabela 10).

% MgO	VISCOSIDADE APARENTE (cP)	
	SEM EXTRUDAGEM	COM EXTRUDAGEM
0,25	23,0	19,5
1,0	25,5	25,0
1,5	27,0	25,5
3,0	25,5	20,5
4,0	24,5	20,0

Tabela 10 - Influência da extrudagem na viscosidade aparente da atapulgita de São Pedro.

## 5.2 - Rendimentos das Atapulgitas

Rendimento de uma argila, para fins de utilização em fluido de perfuração, é definido como o número de metros cúbicos



cos ou barris de lama, com 15cP de viscosidade aparente, que podem ser preparados com 1 tonelada de argila.

Das quatro ocorrências estudadas, conseguiu-se viscosidade aparente, dentro dos limites mínimos para fluido de perfuração (15cP), apenas com as atapulgitas São Pedro e Grotão do Angico. A São Pedro acusou viscosidade aparente superior a 15cP, tanto no material natural (classificado abaixo de 200 malhas) como no material ativado. A Grotão do Angico acusou viscosidade aparente superior a 15cP somente no material ativado.

A seguir foi determinado o rendimento dessas atapulgitas, utilizando-se a fórmula:

$$R = \frac{82,3}{C} + 0,3m^3/t$$

R = Rendimento  
C = % Peso de argila

A partir dos resultados constantes na Tabela 11, construiu-se um gráfico % peso de argila versus viscosidade aparente. Entrando-se com o valor de 15cP, obtém-se o C correspondente para cada uma das amostras (Figura 7). Utilizando-se a fórmula anterior são determinados os rendimentos de cada uma das amostras (Tabela 11). Os resultados obtidos, de acordo com a literatura, enquadram as argilas como de alto rendimento ( $R > 12,5m^3/t$ ).

AMOSTRA	MASSA (g)	PESO (%)	VISCOSIDADE APARENTE (cP)	RENDIMENTO ( $m^3/t$ )
Grotão do Angico <u>A</u> tivada 1,5% M <sub>30</sub> AR	26,0	5,0	11,0	14,0
	34,6	6,5	17,0	
S. Pedro sem <u>A</u> ção	30,0	5,7	13,5	13,8
	34,6	6,5	17,0	
S. Pedro <u>A</u> tivada com 1,5% M <sub>30</sub> AR	20,0	3,9	12,0	18,6
	27,0	5,2	18,0	

Tabela 11 - Viscosidade aparente e rendimento das amostras nas diferentes concentrações em peso.

### 5.3 - Classificação das Atapulgitas

Seguindo as Normas da PETROBRÁS (N-1967 e N-1696), foi verificado em que tipo as atapulgitas se enquadram (Tabela 12).

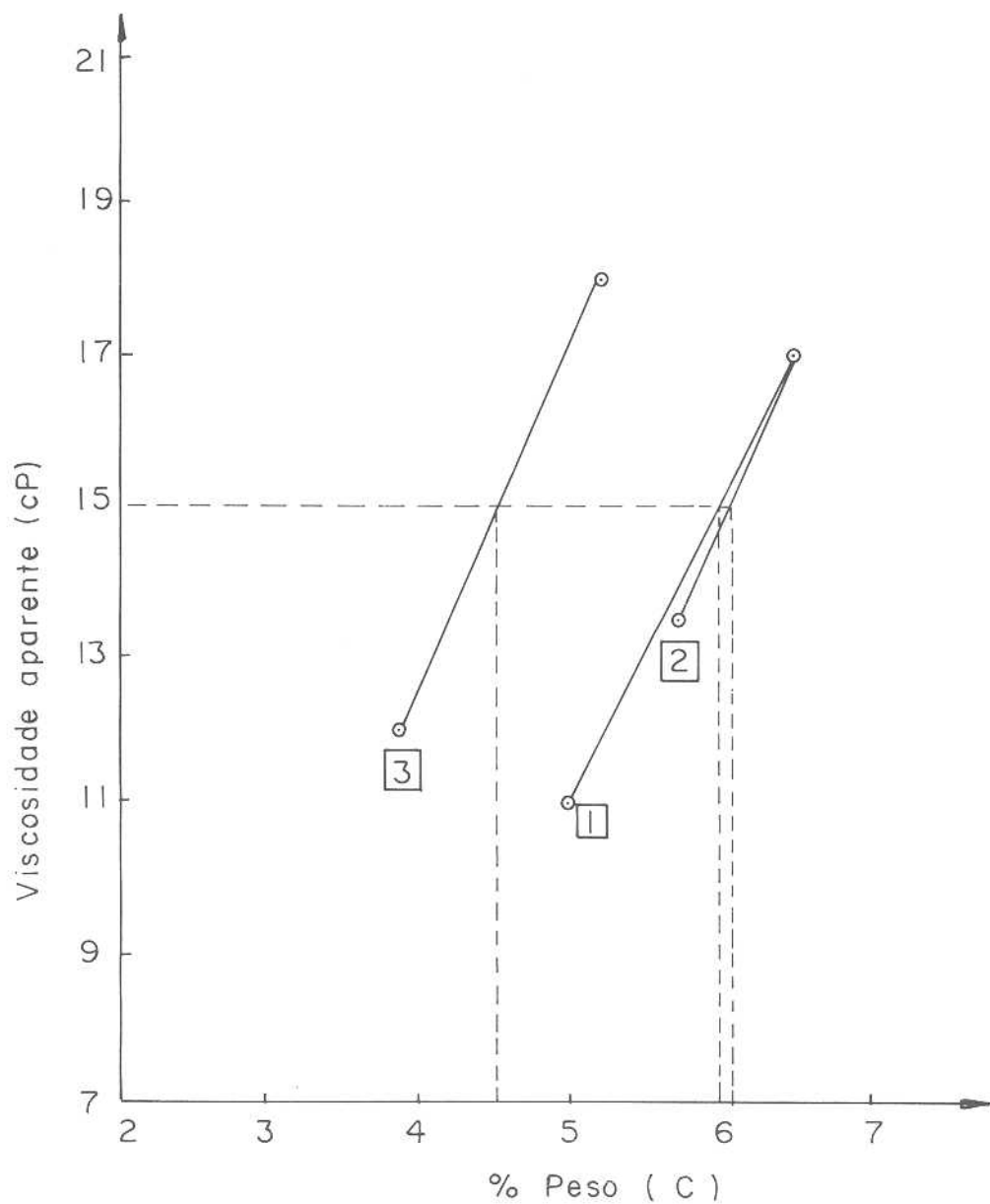


Fig.7- Rendimento atapulgita

- 1 Grotão Angico ativado com 1,5% M<sub>30</sub> AR
- 2 São Pedro sem ativação
- 3 São Pedro com ativação 1,5% M<sub>30</sub> AR

AMOSTRA	PESO %	VISCOSIDADE APARENTE (cP)
Grotão do Angico <u>A</u> ativada 1,5% M <sub>30AR</sub>	34,6	17,0
	24,0	9,0
São Pedro sem <u>ati</u> <u>vação</u>	34,6	17,0
	24,0	9,0
São Pedro <u>Ativada</u>	34,6	30,0
	24,0	16,0

Tabela 12 - Verificação do tipo da atapulgita.

A partir dos resultados obtidos, conclui-se que:

- Grotão do Angico ativada é do tipo I, porque a viscosidade aparente só atingiu o limite mínimo (15 cP), com 34,6g;

- São Pedro sem ativação é do tipo I, pela mesma razão acima exposta e

- São Pedro ativada é do tipo II, porque atingiu o limite mínimo (15 cP) com 24,0g.

## 6. ENSAIOS DE LABORATÓRIO PARA DESCORAMENTO DE ÓLEOS

### 6.1 - Descoramento de Óleo Mineral

No País, atualmente, o descoramento de óleo mineral, usado em "carter" de motores de combustão, é feito com o uso da argila de Taubaté (SP).

Através de dados colhidos junto às indústrias brasileiras, é, a seguir, apresentado o fluxograma básico do descoramento de óleo (Figura 8).

No presente trabalho propõe-se estudar a viabilidade técnica de utilização da atapulgita do Piauí, no descoramento de óleo mineral, para atender, principalmente, ao mercado nordestino.

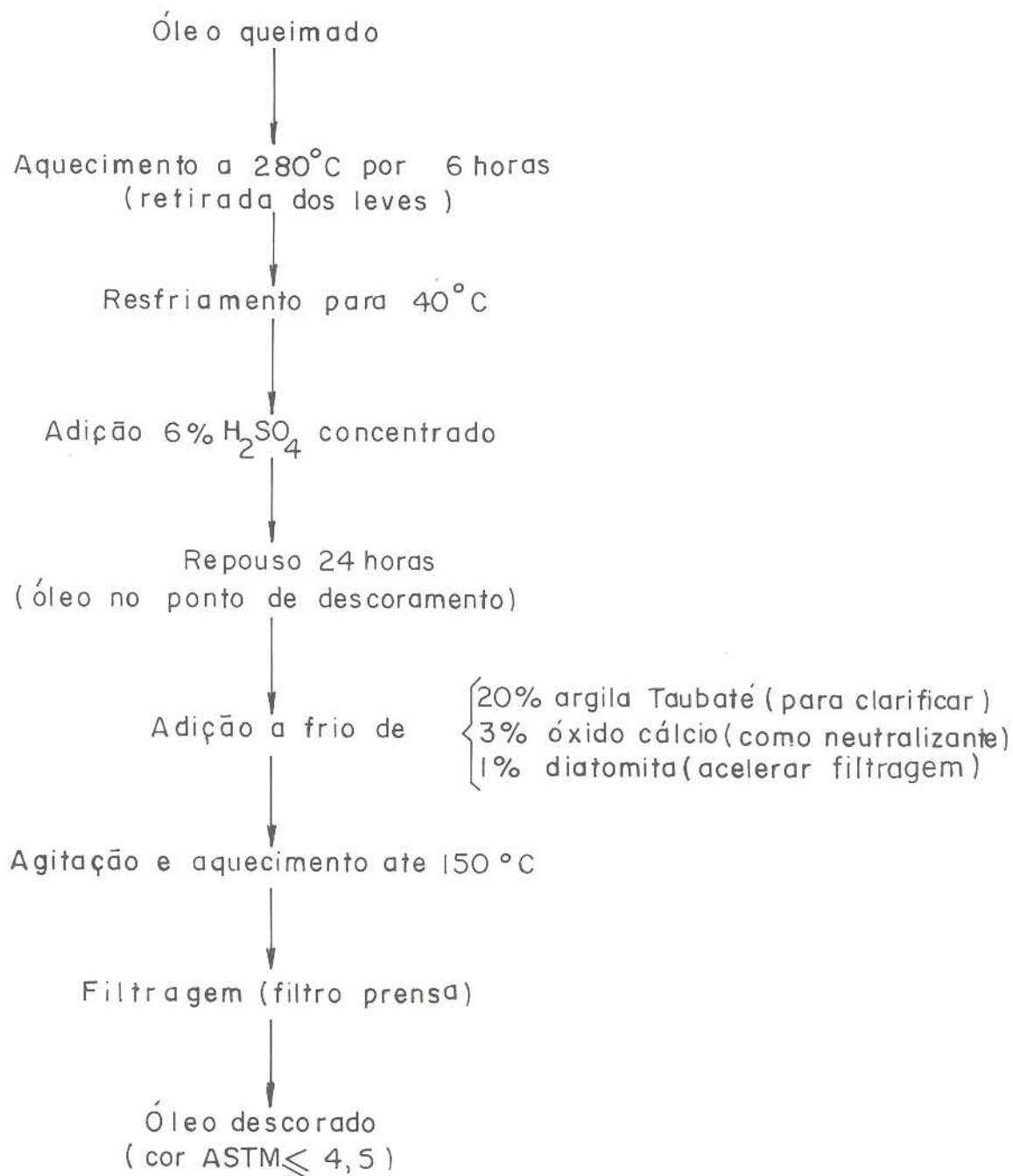


Fig. 8— Fluxograma de descoramento de óleo mineral



As amostras de óleo mineral usadas nos ensaios (coletadas nas usinas no ponto de descoramento) foram fornecidas pelas empresas USABROL e FLUMINOIL, ambas situadas no município do Rio de Janeiro. Foram também realizados ensaios de descoramento, em escala de bancada, nos laboratórios das empresas PETRONOR E REFIBRÁS, ambas de Pernambuco, utilizando amostras de óleo de suas unidades industriais.

Todas as leituras do descoramento dos óleos foram realizadas com o colorímetro tipo HELLIGE, munido de discos com cores na escala ASTM. Teve-se como meta a obtenção de produtos com cor ASTM ( $\leq 4,5$ ), limite este estabelecido pelas Normas da PETROBRÁS.

Após uma série de testes exploratórios, foram estabelecidas as condições básicas dos ensaios:

- . Processo - contacto
- . Granulometria - atapulgita natural (seca) moída abaixo de 200 malhas;
- . Adição de argila ao óleo - a frio;
- . Quantidade de argila em relação ao óleo - 20% (peso).
- . Quantidade de óxido de cálcio em relação ao óleo - 3% (peso).
- . Rotação agitador - 100rpm (constante)
- . Temperatura processo - 150°C
- . Tempo contacto - 10 minutos
- . Filtragem - vácuo (papel Whatman nº 40)

#### b) Descoramento com Argila Natural

A partir das condições básicas estabelecidas nos ensaios exploratórios, foram realizados ensaios de descoramento com as 4 (quatro) atapulgitas estudadas, sendo os seus resultados comparados com argila "TONSIL" e Taubaté (ver Tabela 13).

ARGILA	OLEO MINERAL* (Fluminoil)	ÓLEO MINERAL* (Usabrol)
	COR (ASTM)	COR (ASTM)
Tonsil	2,7	3,5
Taubaté	3,3	2,4
São Pedro	5,0	3,2
Grotão do Angico	4,5	3,2
Boa Vista	3,3	2,4
Terra Branca	3,5	3,0

Tabela 13 - Resultados do descoramento de óleo mineral com argila.

\* Cor original do óleo mineral > 8.

Pelos resultados obtidos concluiu-se que, praticamente, todas as atapulgitas estudadas descoraram os óleos minerais no nível requerido (cor ASTM  $\leq$  4,5). Apenas a amostra São Pedro não atingiu essa exigência para o óleo FLUMINOIL.

### c) Descoramento com Argila Ativada

Dados da literatura motivaram o estudo de ativação térmica, através de calcinação das atapulgitas, visando aumentar a superfície específica e, conseqüentemente, o seu poder descorante.

Utilizando-se forno de mufla, foram realizados ensaios de calcinação com a atapulgita São Pedro, por um período de 2 horas, a diferentes temperaturas (200<sup>o</sup>, 300<sup>o</sup>, 400<sup>o</sup>, 500<sup>o</sup> e 600<sup>o</sup>C) e, a seguir, medida a superfície específica (BET) dos produtos. A temperatura de calcinação a 200<sup>o</sup>C apresentou a maior superfície específica (Tabela 14), apesar do aumento não ter sido significativo. Diante dessa constatação, e usando as condições básicas já definidas anteriormente (item a), foram realizados ensaios de descoramento do óleo mineral (USABROL), utilizando as 4 (quatro) atapulgitas calcinadas a 200<sup>o</sup>C, comparando-se os seus resultados com aqueles sem calcinar (Tabela 15).

AMOSTRA SÃO PEDRO	SUPERFÍCIE ESPECÍFICA (m <sup>2</sup> /g)
Natural	82
Calcinada a 200°C	99
Calcinada a 300°C	83
Calcinada a 400°C	69
Calcinada a 500°C	59
Calcinada a 600°C	57

Tabela 14 - Influência da superfície específica com a temperatura de calcinação.

ATAPULGITA	ÓLEO MINERAL DESCORADO
	COR (ASTM)
São Pedro sem calcinar	3,2
São Pedro calcinada	2,7
Grotão do Angico s/calcinar	3,2
Grotão do Angico calcinada	2,9
Boa Vista sem calcinar	2,4
Boa Vista calcinada	2,4
Terra Branca sem calcinar	3,0
Terra Branca calcinada	2,9

Tabela 15 - Influência da ativação térmica (a 200°C) da atapulgita no descoramento de óleo mineral.

Pelos resultados obtidos, concluiu-se que a ativação térmica (calcinação) não apresentou resultados significativos no descoramento do óleo mineral. Dessa forma, é preferível utilizar a atapulgita natural (seca), apenas moída abaixo de 200 malhas.

Dentre as argilas estudadas no laboratório/CETEM, selecionou-se aquela que apresentou melhor desempenho (Boa Vista), para testar nos laboratórios de indústrias (ver Tabela 16).



ARGILA	ÓLEO MINERAL (REFIBRÁS)	ÓLEO MINERAL (PETRONOR)
	COR (ASTM)	COR (ASTM)
Boa Vista	3,3	2,8
Taubaté	4,4	3,7

Tabela 16 - Resultados no descoramento de óleo mineral (ensaios de laboratórios/empresas).

## 6.2 - Descoramento de Óleo Vegetal

As refinadoras do País processam diferentes tipos de óleos, tais como soja, milho, algodão, babaçu, girassol etc., obtendo como produtos óleos comestíveis, manteiga vegetal, gordura, sabão etc (Figura 9). No descoramento da maioria dos óleos vegetais é utilizada a argila Taubaté e, para certos óleos, tais como de milho e algodão, são utilizadas argilas importadas do tipo "TONSIL" e "FULMONT".

Neste trabalho propôs-se estudar a viabilidade técnica de utilização da atapulgita no descoramento de óleos vegetais.

### a) Material e Método

Foram utilizadas as seguintes amostras de óleos vegetais fornecidas por diferentes empresas: algodão, soja e milho (Refinadora de Óleo Brasil - SP), babaçu (União Fabril Exportadora - RJ), soja (Alimonda Irmãos S/A - PE) e algodão (Siqueira Gurgel S/A Comércio e Indústria - CE e Cooperativa Central dos Produtores de Algodão - CE). Nessas duas últimas empresas os ensaios foram realizados, além de bancada, em escala industrial.

As leituras do descoramento dos óleos foram realizadas com o Tintômetro com escala Lovibond (três escalas de cores), usando célula de 5 1/4" polegadas cúbicas de volume.

Os ensaios de descoramento dos óleos vegetais, com o uso de atapulgitas, foram direcionados no sentido de se chegar aos limites de descoramento recomendados pelas refinadoras de óleos (Tabela 17).



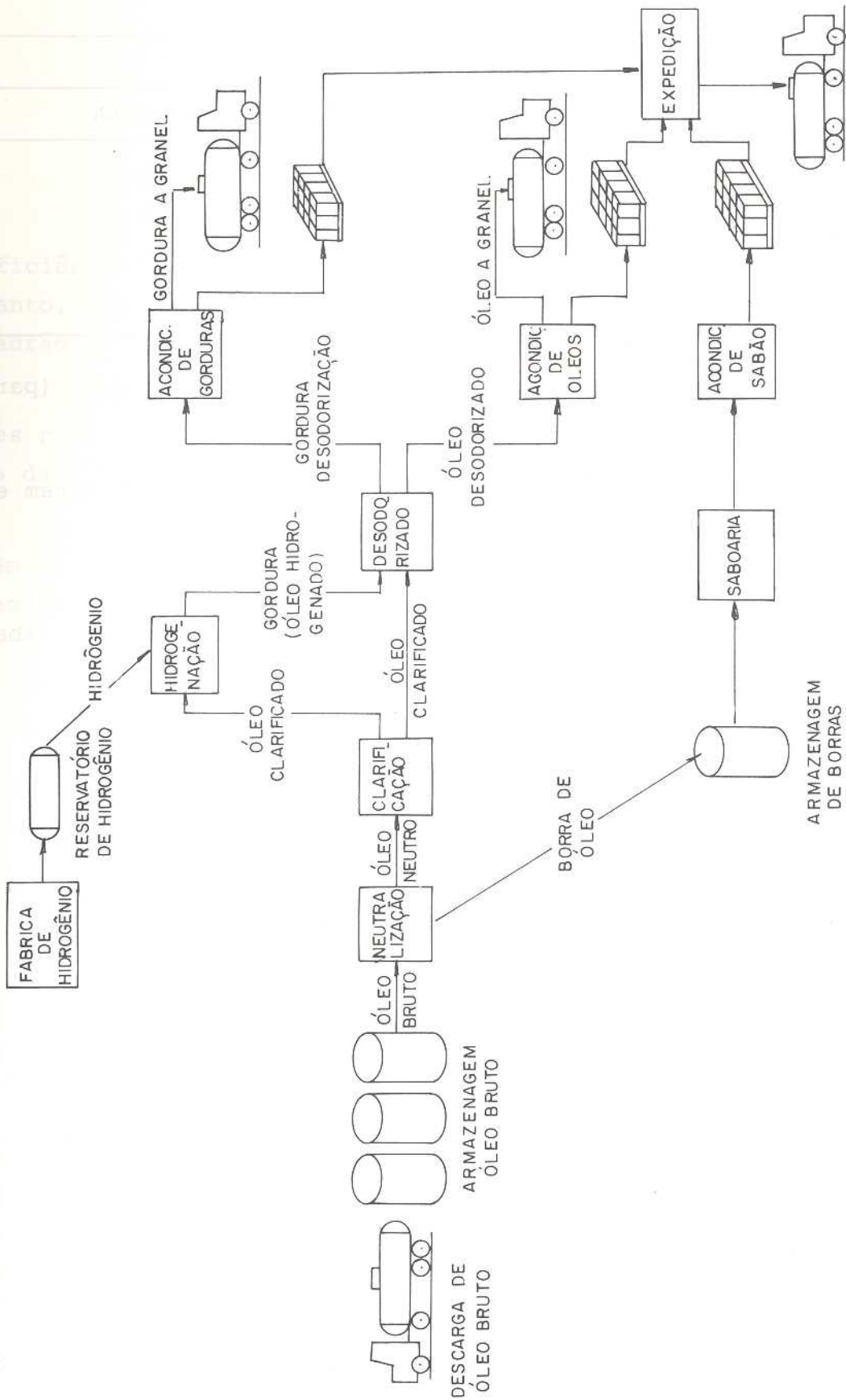


FIG. 9 — FLUXOGRAMA DE PROCESSAMENTO DE ÓLEO VEGETAL

ÓLEO DESCORADO	COR (LIMITE MÁXIMO)	
	VERMELHA	AMARELA
Milho	3,5	35
Soja	3,5	35
Algodão	6,0	35
Babaçu	2,0	10

Tabela 17 - Limites de cores de óleos vegetais descorados (para a maioria das empresas).

Após uma série de ensaios exploratórios, foram estabelecidas as condições básicas dos ensaios:

- . Processo - contacto
- . Granulometria - atapulgita natural (seca) abaixo de 200 malhas.
- . Adição de argila ao óleo - a frio
- . Quantidade de argila em relação ao óleo - 6% (peso).
- . Rotação agitador - 100rpm (constante)
- . Temperatura processo - 110°C
- . Tempo contacto - 10 minutos
- . Filtragem - vácuo (papel Whatman nº 40)

#### b) Descoramento com Argila Natural

A partir das condições básicas estabelecidas nos ensaios exploratórios, foram realizados ensaios de descoramento com as 4 (quatro) atapulgitas estudadas, sendo os seus resultados comparados com argila "TONSIL" e Taubaté. Os resultados estão apresentados nas tabelas 18 e 19.

Analisando os resultados obtidos, constatou-se que:

i - As atapulgitas relacionadas a seguir descoraram os óleos dentro dos limites aceitáveis (testes realizados no CETEM):

- . Boa Vista - babaçu, soja e milho;
- . São Pedro - babaçu
- . Grotão do Angico - babaçu e
- . Terra Branca - milho.

ii - Três das atapulgitas estudadas apresentaram eficiência de descoramento inferior à "TONSIL" e Taubaté; no entanto, a Boa Vista apresentou desempenho próximo dessas argilas padrão.

iii - O óleo de algodão não foi descorado, nos testes realizados no CETEM, dentro dos limites aceitáveis, por nenhuma das argilas estudadas, apenas pelo "TONSIL".

Foi estudada a influência do aumento da percentagem de atapulgita no descoramento dos óleos vegetais, porém os resultados não foram significativos.

TIPO DE ARGILA	COR DO ÓLEO DE MILHO		COR DO ÓLEO DE SOJA	
	VERMELHA	AMARELA	VERMELHA	AMARELA
Tonsil	3	20	1	20
Taubaté	3	20	2	25
Boa Vista	3	30	3	30
São Pedro	5	30	7	30
Grotão do Angico	6	35	7	30
Terra Branca	3,5	30	6	30
COR ORIGINAL	10	40	7	30
COR REQUERIDA	$\leq 3,5$	$\leq 35$	$\leq 3,5$	$\leq 35$

Tabela 18 - Resultados obtidos nos testes de descoramento dos óleos de milho e soja.

TIPO DE ARGILA	COR DO ÓLEO DE ALGODÃO		COR DO ÓLEO DE BABAÇU	
	VERMELHA	AMARELA	VERMELHA	AMARELA
Tonsil	6	30	0,5	5
Taubaté	8	30	0,5	10
Boa Vista	8	30	1	10
São Pedro	10	30	1	10
Grotão do Angico	10	30	2	10
Terra Branca	20	30	3	20
COR ORIGINAL	20	3	3	30
COR REQUERIDA	≤ 6	≤ 35	≤ 2	≤ 10

Tabela 19 - Resultados obtidos nos testes de descoramento dos óleos de algodão e babaçu.

c) Descoramento com Argila Ativada

Similarmente ao que foi feito para óleo mineral, estudou-se também o efeito da ativação térmica (calcinação) no descoramento de óleos vegetais. Dessa forma, utilizando-se as condições básicas, já definidas anteriormente (item a), foram realizados ensaios de descoramento de óleos vegetais, utilizando-se 4 (quatro) atapulgitas calcinadas a 200°C, comparando-se os seus resultados com aquelas sem calcinar (Tabelas 20 e 21).

Pelos resultados obtidos, observou-se que a ativação térmica (calcinação) só apresentou resultados significativos no descoramento do óleo de soja. Dessa forma, para os demais óleos estudados, é preferível utilizar a atapulgita natural (seca), apenas moída abaixo de 200 malhas.

Com a atapulgita, Boa Vista, que apresentou melhor desempenho no descoramento de óleos vegetais, foram realizados testes em escala de bancada e industrial (Siqueira Gurgel e Cooperativa dos Produtores de Algodão). Os resultados obtidos estão apresentados nas Tabelas 22, 23 e 24.



TIPOS DE ARGILA	COR DO ÓLEO DE ALGODÃO		COR DO ÓLEO DE BABAÇU	
	VERMELHA	AMARELA	VERMELHA	AMARELA
São Pedro sem calcinar	10	30	1	10
São Pedro Calcinação	10	30	1,2	7
Grotão do Angico s/calcinar	10	30	2	10
Grotão do Angico calcinação	10	30	1	10
Boa Vista s/calcinar	8	30	1	10
Boa Vista calcinação	8	30	1	10
Terra Branca s/calcinar	20	30	3	20
Terra Branca calcinação	10	30	1,3	15
COR REQUERIDA	≤6	≤35	≤2	≤10

Tabela 20 - Influência da ativação térmica (200°C) da atapulgita no descolorimento dos óleos de algodão e babaçu.

TIPOS DE ARGILA	COR DO ÓLEO DE MILHO		COR DO ÓLEO DE SOJA	
	VERMELHA	AMARELA	VERMELHA	AMARELA
São Pedro sem calcinar	5	30	7	30
São Pedro calcinação	5	30	2,5	30
Grotão do Angico s/calcinar	6	35	7	30
Grotão do Angico calcinação	4	30	3	30
Boa Vista sem calcinar	3	30	3	30
Boa Vista calcinação	4	30	1,4	20
Terra Branca s/calcinar	3,5	30	6	30
Terra Branca calcinação	4	30	3	30
COR REQUERIDA	≤3,5	≤35	≤3,5	≤35

Tabela 21 - Influência da ativação térmica (200°C) da atapulgita no descolorimento de óleos de milho e soja.

PARÂMETROS TIPO DE ÓLEO	COR	ACIDEZ (% F.F.A) **	SABÕES (ppm)
Óleo apenas <u>neutra</u> <u>lizado</u>	Amarela - 40,0 Vermelha - 12,0 Azul - 2,0	0,15	26,0
Óleo <u>neutralizado</u> e <u>descorado</u> com <u>atapul</u> <u>gita</u> .	Amarela - 40,0 Vermelha - 9,0 Azul - 0,0	0,054	3,5
Óleo <u>neutral.</u> e <u>des</u> <u>corado</u> c/argila (Tau baté) usada na fábr.	Amarela - 40,0 Vermelha - 8,9 Azul - 0,0	0,047	5,0

Tabela 22 - Resultados obtidos no descoramento de óleo de algodão usando 2% de argila (Refinadora de Óleos Brasil-SP).

PARÂMETROS TIPO DE ÓLEO	COR	ACIDEZ (FFA)**	SABÕES (ppm)	CLOROFILA (ppm) *
Óleo apenas <u>neutrali</u> <u>zado</u>	Amarela - 35,0 Vermelha - 7,1 Azul - 0,0	0,141	10,3	0,70
Óleo <u>neutralizado</u> e <u>descorado</u> com <u>atapul</u> <u>gita</u>	Amarela - 35,0 Vermelha - 7,0 Azul - 0,0	0,130	0,0	0,29
Óleo <u>neutral.</u> e <u>desco</u> <u>rado</u> c/argila (Tonsil) usada na fábrica.	Amarela - 35,0 Vermelha - 6,0 Azul - 0,0	0,133	0,0	0,16

Tabela 23 - Resultados obtidos no descoramento de óleo de algodão usando 0,3% de argila (Alimonda Irmãos S/A-PE).

\* O teor limite de clorofila do produto (óleo deso  
dorizado) é 0,5ppm .

\*\* % F.F.A - % Free Fatty Acids.

COR	SIQUEIRA GURGEL		COCENTRAL	
	DESCORAMENTO C/ATAPULGITA	DESCORAMENTO C/FILTREX	DESCORAMENTO C/ATAPULGITA	DESCORAMENTO C/BENTONITA CAULINEX
AMARELA	30,0	30,0	35,0	35,0
VERMELHA	7,5	9,0	6,5	8,0
VERMELHA*	7,5		10,0	

Tabela 24 - Resultados obtidos em escala industrial no descoramento de óleo de algodão, usando 0,3% e 0,5% de argila na Siqueira Gurgel e COCENTRAL, respectivamente.

\* Cor máxima permitida.

OBS.: Na Siqueira Gurgel, ao contrário do que ocorreu na COCENTRAL, os óleos neutralizados usados nos ensaios comparativos não foram idênticos. As cores iniciais dos óleos eram: amarela = 30,0 e vermelha = 8,5 ; amarela = 30,0 e vermelha = 10,0 nos testes com atapulgita e Filtrex, respectivamente.

## 7. COMENTÁRIOS GERAIS E CONCLUSÕES

Os estudos de laboratório desenvolvidos com as amostras de São Pedro, Grotão do Angico, Boa Vista e Terra Branca, permitiram os seguintes comentários gerais e conclusões:

### a) Caracterização Tecnológica

- As quatro amostras estudadas são bastante friáveis, e com apenas duas britagens (1/4" e 10 malhas), seguidas de escrubagem, apresentaram 80% (peso) abaixo de 200 malhas;

- Os estudos de caracterização mineralógica mostraram que, de uma maneira geral, todas as amostras apresentaram uma certa homogeneidade, e são constituídas, essencialmente, por atapulgita, quartzo e caulinita. Porém, na amostra de Terra Branca,

ca constatou-se uma percentagem significativa de 20% de carbonato (calcita);

- Através de uma escrubagem da amostra britada a 10 malhas, seguida de classificação, ficou evidenciado que o teor de quartzo diminui com a granulometria. Assim, partindo-se de uma amostra com cerca de 20% de quartzo, foi obtido produto com menos de 5% deste mineral, na fração abaixo de 200 malhas.

#### b) Fluido de Perfuração

- Nenhuma das amostras poderá ser usada, no seu estado natural e moída abaixo de 200 malhas, como fluido de perfuração. As baixas viscosidades aparentes obtidas (<6cP) podem ser atribuídas ao alto teor de quartzo (>20%) na amostra global;

- Somente as atapulgitas São Pedro e Grotão do Angico apresentaram resultados promissores para fluidos de perfuração. A São Pedro atingiu a viscosidade aparente mínima (15cP) apenas com uma classificação a 200 malhas. No entanto, a Grotão do Angico só atingiu esse limite mínimo com a ativação da fração abaixo de 200 malhas, através da adição de MgO;

- Os estudos desenvolvidos para aumento da viscosidade aparente mostraram que a ativação a úmido com magnésia cáustica calcinada ( $M_{30AR}$ ), na proporção de 1,5% em peso, foi a mais efetiva;

- As atapulgitas São Pedro e Grotão do Angico foram enquadradas como argilas de alto rendimento (>12,5m<sup>3</sup>/t).

#### c) Descoramento de Óleo Mineral

- Todas as quatro atapulgitas estudadas, apenas moídas abaixo de 200 malhas, descoraram o óleo mineral no nível requerido (cor ASTM  $\leq 4,5$ ). A eficiência de descoramento dessas foi comparada com a argila Taubatê, e os resultados foram muito próximos.

- A ativação térmica (calcinação) das atapulgitas não apresentou resultados significativos no descoramento de óleo mineral. Dessa forma, é preferível utilizar a atapulgita natural (seca), apenas moída abaixo de 200 malhas.



#### d) Descoramento de Óleo Vegetal

- Nos ensaios de bancada realizados no CETEM, descoraram os óleos vegetais estudados, dentro dos limites aceitáveis, as atapulgitas a seguir relacionadas:

- . Boa Vista - milho, soja e babaçu;
- . São Pedro - babaçu e
- . Terra Branca - milho.

- Nos ensaios industriais realizados junto às refinadoras SIQUEIRA GURGEL e COCENTRAL, confrontando a atapulgita Boa Vista com a BENTONITA CAULINEX e o produto denominado FILTREX, para o descoramento de óleo de algodão, os resultados foram satisfatórios, e a Boa Vista apresentou desempenho superior a esses produtos. Ressalte-se, no entanto, que o nível de exigência dessas empresas, quanto à cor final dos óleos, é menos rigoroso do que o mencionado nos estudos de bancada realizados no CETEM;

- Dentre as atapulgitas estudadas, a Boa Vista apresentou desempenho igual e por vezes superior à TAUBATÉ, no descoramento de todos os óleos estudados. Quanto à TONSIL, a BOA VISTA apresentou resultados muito próximos, ficando apenas ligeiramente inferior no descoramento de óleo de algodão;

- Nos ensaios realizados junto às indústrias REFINADORA DE ÓLEOS BRASIL e ALIMONDA IRMÃOS, para descoramento de óleo de algodão, são realizados controles tais como níveis de sabões, ácido graxos e clorofila, não considerados nos estudos do CETEM. No abaixamento do nível dessas impurezas, a atapulgita BOA VISTA apresentou o mesmo desempenho da TONSIL e TAUBATÉ;

- A ativação térmica (calcinação) só apresentou resultados significativos no descoramento de óleo de soja.

#### 8. SUGESTÕES

- Nas figuras 10 e 11 são sugeridos fluxogramas preliminares para o processamento das atapulgitas para fluido de perfuração e descoramento de óleos minerais e vegetais.

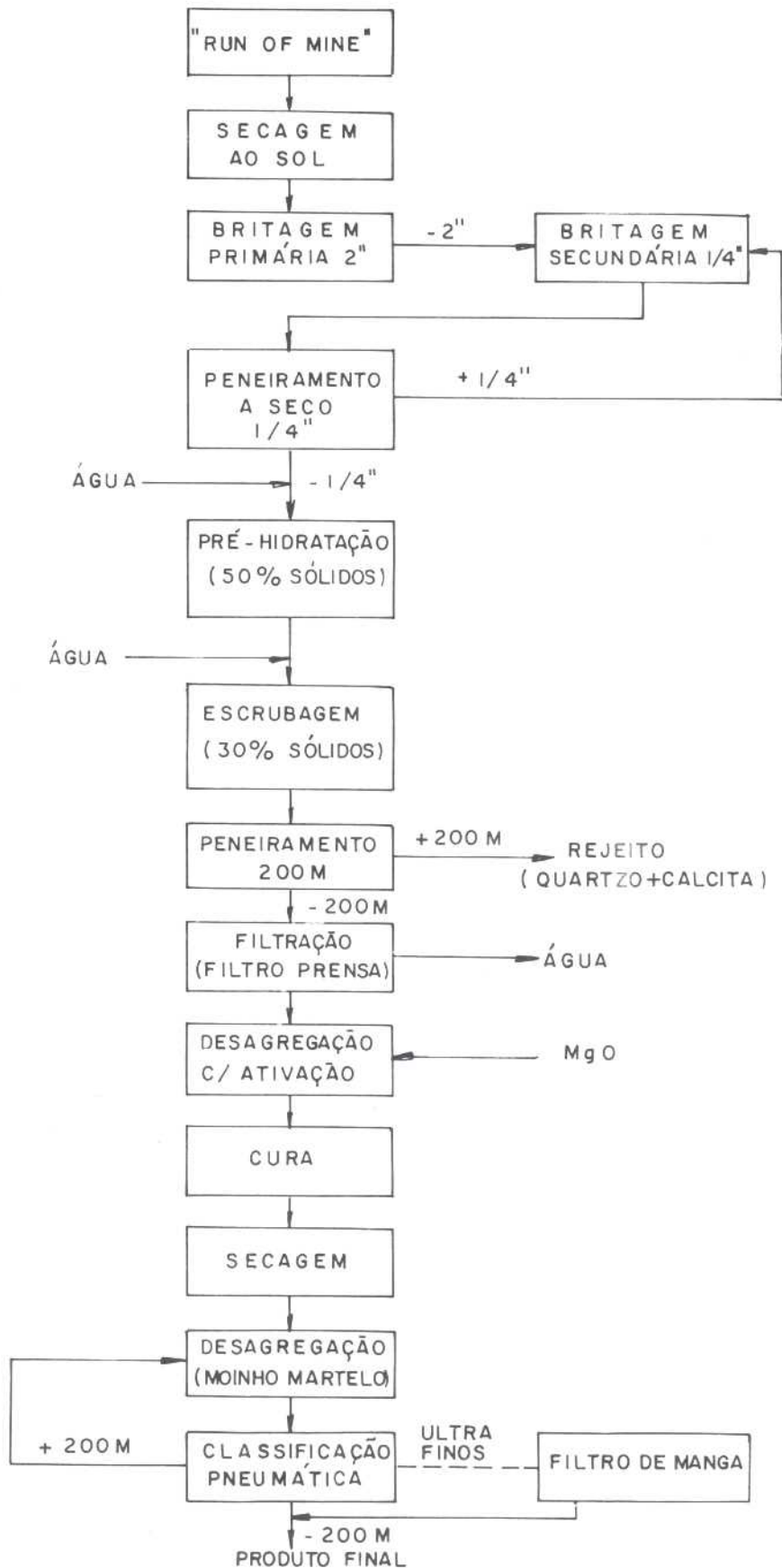


FIG. 10 — FLUXOGRAMA PRELIMINAR PARA PROCESSAMENTO DA ATAPULGITA PARA FLUIDO DE PERFURAÇÃO.

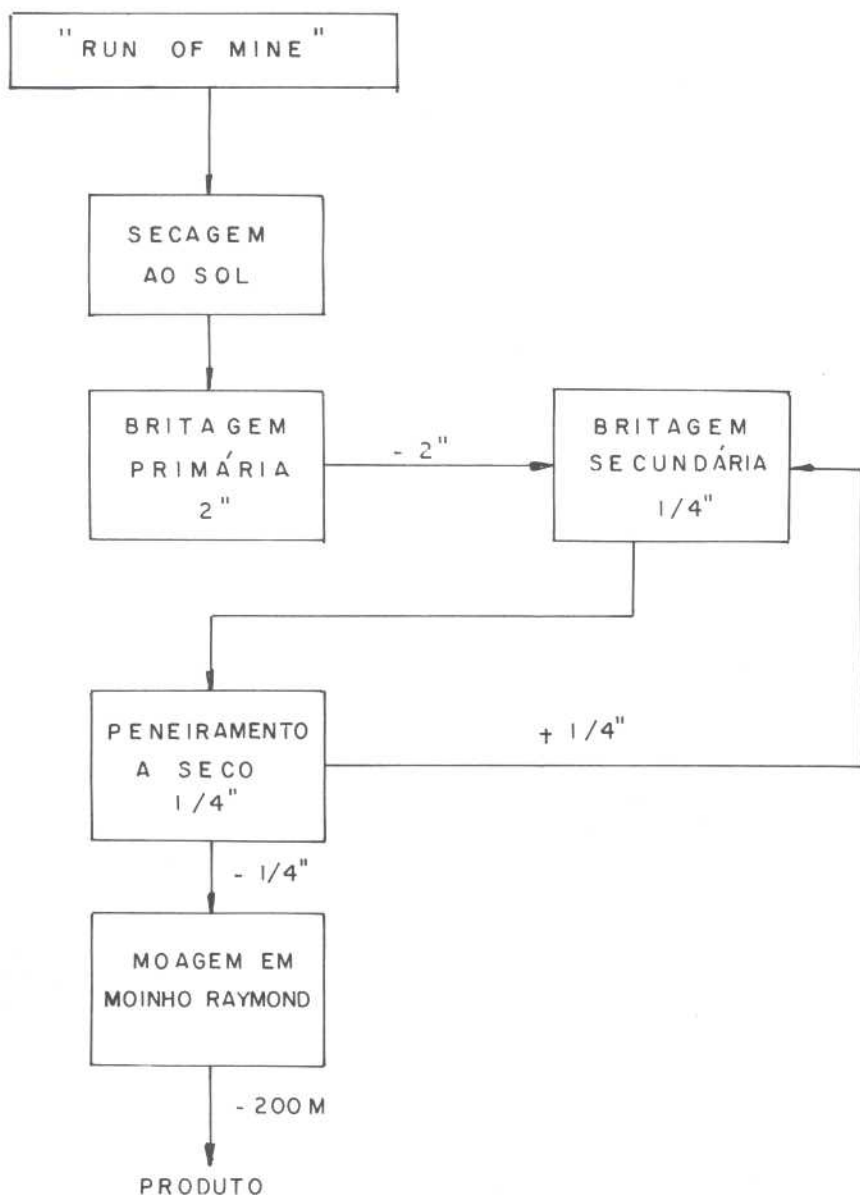


FIG. II — FLUXOGRAMA PRELIMINAR PARA PROCESSAMENTO DA ATAPULGITA PARA DESCORAMENTO DE OLEO.

## 9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

01. SOUZA SANTOS, P. Ocorrências brasileiras de argilas contendo argilo-minerais do grupo das Hormitas (paligorsquita-atapulgita-sepiolita). Cerâmica, São Paulo, 30 (179): 319-36, nov. 1984.
02. HUGGINS, C. W.; DENNY, M. V.; SHELL, H. R. Properties of polygorsquite, an Asbestiform mineral. Washington, Bureau of Mines, 1962. (Report of Investigations, 6071).
03. FROES DE ABREU, S. Recursos Minerais do Brasil. São Paulo, Edgard Blucher, 1973. v.1, p.125.
04. CARNEIRO FILHO, A.; BEZERRA, A. T.; MESQUITA, I. R. Atapulgita de Guadalupe/PI... Um depósito que desperta interesse. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 33, Rio de Janeiro, 1984. Resumos, breves comunicações...p.225.
05. HADEN JUNIOR, W. L. & SHWINT, I. A. Attapulgite its properties and applications. Industrial and Engineering Chemistry, Washington; Easton, Pa., 59 (9): 59-69. Sept. 1967.
06. AMPIAM, S. G. Clays. Washington, D.C., United States Bureau of Mines, Jul. 1979. p.3 (Mineral Commodity Profiles).
07. RAY, G. R.; DARLEY, H. C. H.; ROGERS, W. F. Composition and properties of oil well drilling fluids. 4 ed. Gulf Publishing Company. p. 542.
08. PETROBRÁS. Ensaio de atapulgita (método), N-1967, agosto/84; atapulgita para fluido de perfuração (especificação), N-1969, agosto/84.
09. UNITED STATES, Patent Office n.3185642, maio/1965.
10. STOURDZÉ, Y. E. As argilas descorantes e sua ativação. Rio de Janeiro, Instituto Nacional de Tecnologia-INT, 1941.



11. SOUZA SANTOS, P.; SCOTT, W.; LUTZ, B. E.; SOUZA SANTOS, H.L.; MELLO, J. L. A. Características físico-químicas e tecnológicas de argilas descorantes nacionais e estrangeiras.
12. SARTÓRIO, L. Argilas brasileiras para descoramento de óleos. Cerâmica, São Paulo, 15(60) : 282-91, out. 1969.
13. ZANDONAI, A. R.; FERREIRA, H. C.; SOUZA SANTOS, P. Argilas montmoriloníticas brasileiras como agentes descorantes de óleos vegetais e minerais. São Paulo, 1975. (Publicação n. 1045/IPI).
14. SOUZA SANTOS, P. Tecnologia de argilas. São Paulo, ed. Edgard Blucher Ltda., 1975. v.2, aplicação, p.651-53.