

# CARACTERIZAÇÃO DE FOLHELHOS: UMA ANÁLISE SOBRE A CAPACIDADE DE EXPANSÃO

Danielly Vieira de Lucena <sup>1</sup>

Hélio de Lucena Lira <sup>2</sup>

Luciana Viana Amorim <sup>3</sup>

## Resumo

Todas as classes de minerais argilosos absorvem água, mas as esmectitas absorvem volumes muito maiores do que as outras classes por causa da sua rede expandida. Durante a perfuração de poços de petróleo é comum a detecção de camadas constituídas por esses minerais argilosos que apresentam alto grau de hidratação, organizados em pacotes laminares. Quando em contato com a água, os pacotes de argilas se separam à medida que a água penetra no espaço basal. Este fenômeno é conhecido por expansão ou inchamento. Diante disto, este trabalho tem como objetivo caracterizar folhelhos de duas regiões do Brasil e uma amostra de argila industrializada para explicar a susceptibilidade de hidratação de cada uma dessas formações. Essa caracterização foi feita fazendo uso da capacidade de troca de cátions (CTC), fluorescência de raios-x (FRX), análise térmica diferencial (ATD), análise termogravimétrica (ATG) e difração de raios-x (DRX). Os resultados alcançados evidenciaram que dentre os folhelhos estudados, aquele com maior grau de frações argilosas (esmectita) em sua composição apresentou maior grau de inchamento segundo a metodologia de Foster.

**Palavras-chave:** Folhelhos; Inchamento; Caracterização.

## CHARACTERIZATION OF REACTIVE FORMATIONS: A VISION FOR THE CAPACITY EXPANSION

## Abstract

All classes of clay minerals absorb water, but the smectite absorb much larger volumes than the other classes because of its expanded network. During the drilling of oil wells it is common for the detection of layers consisting of clay minerals high grade of hydration arranged in laminar packages. When in contact with water, the packets are separated clay as the water enters the basal spacing. This phenomenon is known as expansion or swelling. Given this, this paper aims to characterize shales in two regions of the country to explain the susceptibility of hydration of each of these formations. The characterization was done by making use of Exchange cation capacity (ECC), X-ray fluorescence (XRF), differential thermal analysis (DTA), Thermogravimetry (TGA) and X-ray diffraction (XRD). The results obtained showed that among the shales studied, those with the greatest degree of clay fractions (smectite) in its composition showed higher swelling index according to the methodology of Foster.

**Keywords:** Shales; Swelling; Characterization.

---

<sup>1</sup>Engenharia de Materiais, Doutoranda em Ciências e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande, PB, Brasil. E-mail: daniellymateriais@yahoo.com.br

<sup>2</sup>Engenharia de Materiais, Professor Doutor da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Cep 58410-200, Campina Grande, PB, Brasil. E-mail: helio@dema.ufcg.edu.br

<sup>3</sup>Engenharia de Materiais, Professora doutora da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campina Grande, PB, Brasil. E-mail: luciana@dem.ufcg.edu.br

## I INTRODUÇÃO

A integridade do poço durante a perfuração através de formações sensíveis a água, especialmente os folhelhos, é um dos principais desafios na indústria de petróleo e gás, com alto de gasto de tempo e custos elevados (estimado conservadoramente em 500 milhões de dólares por ano). Os problemas de deslocamento do folhelho, diminuição do diâmetro do poço, alargamento, o acúmulo de cascalhos no poço, são resultados do alto grau de inchamento e dispersão dos folhelhos [1]. Dessa forma, a estabilidade de poços de petróleo vem sendo estudada considerando os aspectos mecânicos e químicos da rocha, principalmente, com relação às interações fluido-folhelho [2].

Conforme já citado anteriormente, as formações argilosas contendo esmectita são sensíveis à presença de água. Muitas destas, contêm vários tipos e quantidades diferentes de argilas. Quanto maior a quantidade de esmectita, maior a reatividade na presença de água, devido às ligações inter cristalinas relativamente fracas, que permitem a entrada de água ou de outras substâncias polares, o que resulta no acréscimo da distância interplanar ou basal. Esse fenômeno é conhecido por expansão ou inchamento [3].

O inchamento de folhelho, quando em contato com fluido aquoso, tem sido considerado o principal problema no aprisionamento de ferramentas, devido à adsorção de moléculas de água ou íons hidratados solubilizados no meio. Em geral, o teor de argilas hidratáveis no folhelho é superior a 50%. Como esses argilominerais possuem diferentes capacidades de hidratação, a capacidade de certo folhelho adsorver água é função do tipo e quantidade dos argilominerais que o constitui [1].

A estabilidade dos folhelhos ricos em argila é profundamente afetada por suas complexas interações físicas e químicas com fluidos de perfuração [4]. Deste modo, essas rochas com alto teor de argila têm mostrado significativas alterações, tais como expansão ou inchamento, quando colocadas em contato com fluidos aquosos devido à adsorção de moléculas polares de água ou de íons hidratados solubilizados no meio. Essas alterações podem provocar o colapso da rocha durante a perfuração com fluidos à base de água [5].

Para um maior entendimento dos fenômenos de interação entre a rocha e o fluido de perfuração é necessário, primeiramente, que se tenha uma descrição completa destas formações ativas, tanto do ponto de vista de seus constituintes individuais quanto da sua microestrutura [6]. Portanto, o uso da caracterização de formações reativas é indispensável para um melhor entendimento da capacidade de expansão apresentada por este tipo de formação.

A partir do exposto, este trabalho tem como objetivo caracterizar folhelhos de duas regiões do país e uma amostra de argila montmorilonítica industrializada para explicar a susceptibilidade de hidratação de cada uma dessas formações.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi estudada uma amostra de argila bentonítica conhecida comercialmente por Brasgel PA (amostra A) e duas amostras de folhelhos de alta reatividade de duas regiões do país: Recôncavo baiano da formação Candeias (amostra B) e Folhelho da Bacia do Parnaíba da Formação Pimenteiras - TO (amostra C)

### 2.1 Capacidade de Troca de Cátions

A capacidade de troca de cátions (CTC) da argila foi determinada a partir do método de adsorção de azul de metileno [7]. O princípio do ensaio consiste em introduzir quantidades crescentes de solução de azul de metileno, por doses sucessivas, até que a superfície das partículas que têm capacidade de adsorção esteja coberta. Nesse momento passa a existir um excesso de azul de metileno na preparação, correspondendo ao ponto de viragem que marca o fim do ensaio, e que pode ser detectado pelo teste da mancha.

Para este método foi preparada uma suspensão de 0,1 g de formação reativa em 20 mL de água. À suspensão adicionou-se 1,0 mL de azul de metileno com concentração  $4,31 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ , a cada adição do azul de metileno a suspensão foi submetida a uma homogeneização por 2 minutos e com auxílio de um bastão de vidro uma gota da mesma foi colocada sobre uma folha de papel de filtro Whatman n° 50. Este procedimento foi repetido até o aparecimento de uma leve coloração azul clara ao redor do círculo formado pela gota adsorvida. A persistência do anel azulado indica que o ponto de saturação foi alcançado. A presença de auréola indica a existência de azul de metileno livre na preparação, evidenciando que todas as partículas susceptíveis de adsorverem azul de metileno estão cobertas por uma camada de moléculas daquela substância. Esta etapa foi desenvolvida no Laboratório de Pesquisa de Fluidos de Perfuração - PEFLAB do LABDES/UFCG.

### 2.2 Fluorescência de Raios-X

A análise química das argilas por fluorescência de raios-X (FRX) foi realizada pelo método semiquantitativo, sob atmosfera de nitrogênio. O equipamento utilizado foi o modelo EDX-720 marca Shimadzu pertencente ao Laboratório de Caracterização de Engenharia de Materiais/CCT/UFCG.

### 2.3 Análise Térmica Diferencial e Termogravimetria

A análise térmica diferencial (ATD) determina a diferença da temperatura de uma amostra em relação a uma referência inerte, nesse caso, óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ). A análise termogravimétrica (ATG) consiste da variação de massa da amostra em função da temperatura e/ou tempo. As análises das amostras foram realizadas no Sistema de Análise Térmica modelo RB-3000-20 da marca BP Engenharia do Laboratório de Caracterização de Engenharia de Materiais/CCT/UFCG.

### 2.4 Difração de Raios-X

A difração de raios-X (DRX) consiste em um método bastante útil na identificação qualitativa de alguns componentes nos folhelhos a serem estudados neste trabalho. As medidas de difração de raios-X foram realizadas em equipamento XRD 6000 da Shimadzu no Laboratório de Cerâmica da UAEMA/UFCG. A radiação utilizada foi do Cu-  $K\alpha$  (40 kV/30 mA) com  $2\theta$  variando entre  $3^\circ$  e  $70^\circ$ , foram feitas análises das amostras secas e com o uso do etileno glicol. A interpretação dos difratogramas foi efetuada por comparação com padrões contidos no PDF 02 [8].

### 2.5 Inchamento de Foster

Foram realizados ensaios baseados na metodologia de inchamento de Foster [9]. Para tanto, em uma proveta de 100 mL de capacidade contendo 50 mL de água foi adicionada lentamente 1g de formação reativa. Os sistemas foram deixados em repouso e após 24 h foram efetuadas as leituras do inchamento. Esta etapa foi desenvolvida no Laboratório de Pesquisa de Fluidos de Perfuração do LABDES/ UFCG.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Primeiramente foi realizada a medida da capacidade de troca de cátions. A CTC é uma propriedade que deriva das características estruturais de um argilomineral, e a determinação desse parâmetro é indispensável para uma avaliação mais exata das formações reativas, já que cada argilomineral possui uma faixa de valores característicos. As Tabelas 1 e 2 apresentam, respectivamente, os valores típicos de CTC de alguns argilominerais e os valores da CTC das formações reativas em estudo (amostras A, B e C).

De acordo com Santos [10], o teor de esmectita se apresenta em muitas ocasiões como o único parâmetro para escolha adequada de um fluido de perfuração, devido ao alto potencial de expansibilidade que este argilomineral apresenta (o que pode ser constatado pela faixa de CTC apresentada pelo mesmo). Deste modo, é possível

**Tabela 1.** Valores característicos da CTC de argilominerais importantes [9]

Argilomineral	CTC (mili equivalentes/ 100 gramas)
Caulinita	3-15
Ilita	10-40
Vermiculita	100-150
Esmectita	80-150

**Tabela 2.** Capacidade de troca de cátions (CTC) para as formações reativas estudadas

Nome da amostra	CTC (meq/ 100 gramas)
A	82
B	24
C	84

fazer uma correlação entre o potencial de reatividade das formações com o potencial de reatividade dos argilominerais citados na Tabela 1 [9]. Em estudo realizado por Rabe [11], o mesmo classifica folhelhos com CTC entre 47-49 meq/ 100 gramas como folhelhos que apresentam elevados teores de troca catiônica. Assim, comparando essa faixa de valores com os obtidos neste estudo, observa-se que duas (A e C) das três amostras estudadas apresentam reatividade.

A partir do exposto, pode-se observar a partir da Tabela 2, que as amostras A e C (82 meq/100 gramas e 84 meq/100 gramas, respectivamente) possuem maiores capacidades de hidratação, ou seja, apresentam maior capacidade de absorver água e consequentemente maiores taxas de expansão. Fazendo um comparativo entre esses resultados e a Tabela 1, pode-se afirmar que as formações representadas pelas amostras A e C apresentam valores de CTC próximos ao estabelecido para a esmectita (80 meq/100 gramas - 100 meq/100 gramas), indicando assim que provavelmente tais formações apresentem sua composição quantidade considerável desse tipo de argilomineral, o que tende a provável explicação da tendência que tais formações possuem em relação à hidratação. Observou-se uma CTC de moderada a baixa nos argilominerais no folhelho da amostra B, ou seja, o mesmo apresenta por consequência pouca ou nenhuma reatividade o que acarreta em uma nula ou baixa hidratação.

Pode-se, assim, indicar que as amostras A e C são as formações que apresentam reatividade de moderada a alta segundo resultados analisados por meio da capacidade de troca de cátions.

Na Tabela 3 estão apresentados os resultados das análises químicas obtidas para os folhelhos estudados a partir da técnica de fluorescência de raios-X (FRX).

A partir da análise da Tabela 3, verifica-se que ambos os folhelhos estudados (amostra A e B) apresentam maior proporção de silicatos (53,46% e 60,80%, respectivamente) e aluminatos (17,00% e 33,18%, respectivamente) em relação aos demais argilominerais, o que provavelmente indica a existência de quartzo e de argilominerais como a caulinita, esmectita e illita em suas composições.

Os teores de óxido de cálcio (CaO) apresentados pelas formações A e B (1,54% e 9,27%, respectivamente) indicam a provável presença de calcita nestas formações. Um alto teor de CaO como o observado em B pode indicar a presença de microfósseis de organismos marinhos [12]. A presença de óxido de magnésio (MgO) indica a provável presença de dolomita [13]. Os teores de óxidos alcalino terrosos (CaO e MgO) pode também indicar a presença de carbonatos. Para a argila (amostra C) o alto teor de óxidos alcalinos pode estar relacionados com o fato de que a argila Brasgel PA ser policatiônica, e desta forma apresenta altos teores de tais elementos.

Fazendo a análise da amostra A, temos que o mesmo apresenta um alto teor de  $\text{SiO}_2$  (53,46%) o que por sua vez indica alto teor de quartzo na amostra. Observa-se também uma presença considerável de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (17,00 %). Tomando por base uma amostra de argila reativa estudada por Santos [10] quando da descoberta das argilas de Boa Vista, PB, com a seguinte composição: 51,10% de  $\text{SiO}_2$ , 17,30% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 6,78% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , e

0,55% de  $\text{K}_2\text{O}$ , constata-se que parte dos percentuais obtidos para a argila reativa se assemelham ao folhelho representado pela amostra A ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). O folhelho A apresenta um percentual de  $\text{K}_2\text{O}$  mais evidenciado, o que pode indicar a presença mais contundente de illita em sua composição. Como já citado o alto teor de óxidos alcalinos terrosos podem indicar a presença de carbonatos. A presença do cálcio e magnésio pode evidenciar o caráter policatiônico da amostra.

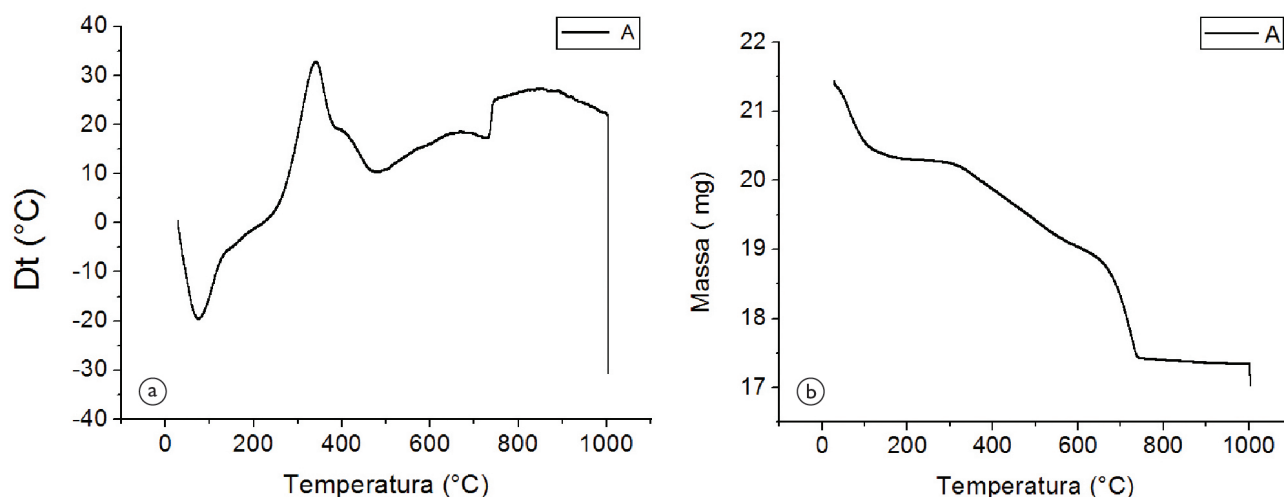
A amostra C apresenta altos teores de  $\text{SiO}_2$  (64,11%) e de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (18,53%), sendo este um indicativo de presença de argilominerais como a esmectita, assim como o alto teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (9,39%) também indica a presença de argilominerais do grupo da esmectita. O teor de 2,66% de MgO pode indicar que por ser industrializada a amostra pode ter sido aditivada com algum composto de Mg como por exemplo o  $\text{MgCl}_2$  ou  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , dada sua natureza policatiônica.

Nas Figuras 1, 2 e 3 observa-se, respectivamente, as curvas das análises termodiferenciais e termogravimétricas das amostras de folhelhos (amostras A e B) e a formação reativa (amostra C).

A análise das curvas de ATD e ATG foram feitas tomando por base os estudos realizados por Santos [10] em relação a várias amostras de folhelhos por meio de análises térmicas e termogravimétricas.

**Tabela 3.** Análises químicas dos constituintes dos folhelhos

Amostras	Composição percentual (%)											
	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	MgO	$\text{TiO}_2$	MnO	BaO	$\text{SO}_3$	$\text{P}_2\text{O}_5$	CaO	$\text{Na}_2\text{O}$
A	53,46	17,00	8,65	3,94	0,97	2,72	0,13	0,34	0,28	0,05	1,54	0,71
B	60,80	33,18	1,26	1,98	5,15	-	-	0,27	0,25	-	9,27	-
C	64,11	18,53	9,39	0,44	2,66	0,88	0,04	0,23	0,28	0,26	1,27	1,84



**Figura 1.** Curvas de: a) análise térmica diferencial e b) análise térmica gravimétrica para a amostra de folhelho A.

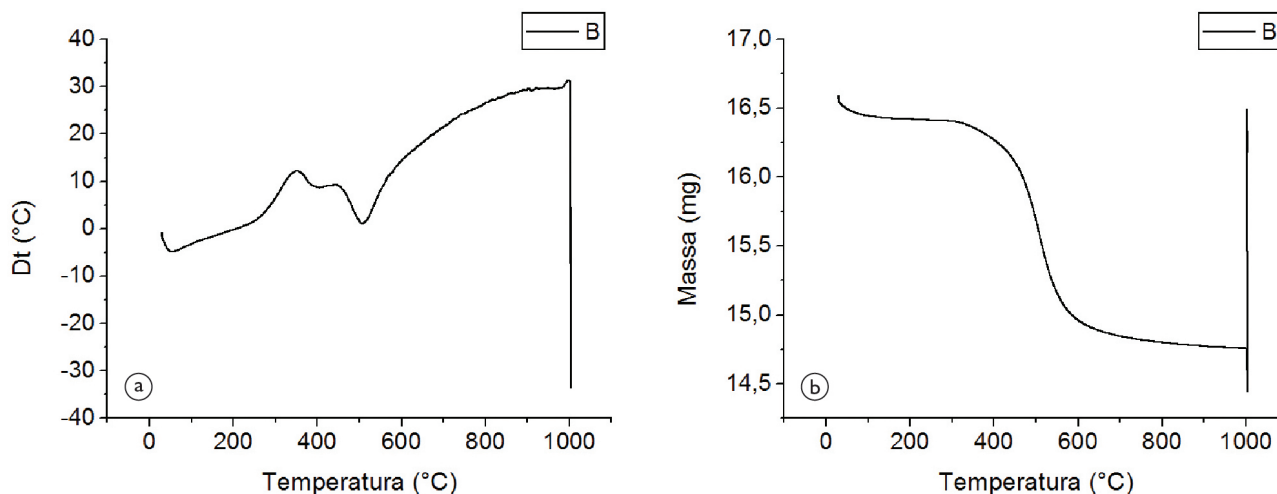


Figura 2. Curvas de: a) análise térmica diferencial e b) análise térmica gravimétrica para a amostra B.

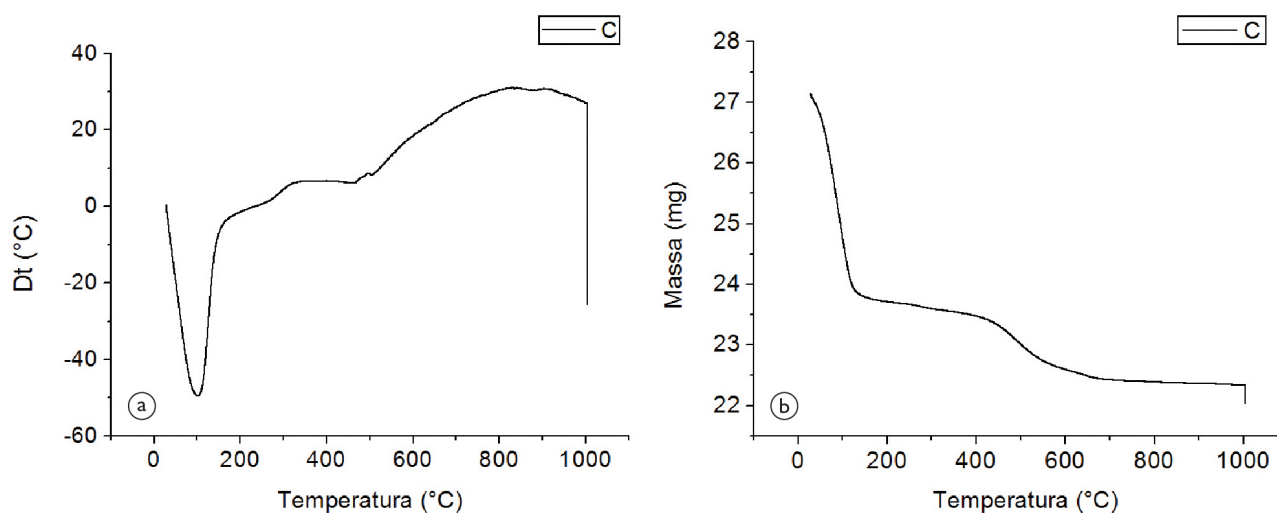


Figura 3. Curvas de: a) análise térmica diferencial e b) análise térmica gravimétrica para a amostra C.

A partir da Figura 1a pode-se analisar a curva de ATD da amostra A. Observa-se primeiramente um pico endotérmico a cerca de 80°C que caracteriza a perda de água adsorvida. Observa-se também uma banda endotérmica a aproximadamente 200°C que pode ser proveniente da água coordenada aos cátions de cálcio e magnésio (que fica evidenciado pelo resultado obtido por meio do FRX da amostra). Um pico exotérmico é observado a cerca de 350°C, e isso pode ser devido a presença de ilita (estas quando em folhelhos apresentam matéria orgânica cuja combustão produz um pico endotérmico entre 200°C e 400°C). A seguir observa-se uma banda endotérmica entre 400°C e 680°C que caracteriza perda de hidroxila. O pico em 500°C pode indicar a presença de esmectita rica em ferro.

Em relação a Figura 1b obteve-se uma perda total de massa de 20,59%. A primeira perda se deve muito provavelmente a perda de água livre e coordenada e a segunda inflexão encontrada deve-se muito provavelmente a perda de hidroxilas.

Na Figura 2a observa-se a curva de análise térmica diferencial para a amostra B. Primeiramente percebe-se uma inflexão endotérmica relativa a perda de água adsorvida, em seguida observa-se um pico exotérmico a cerca de 350°C que provavelmente se refere a combustão de matéria orgânica que, em geral, ocorre entre 200 e 400°C. O pico observado na temperatura de 500°C refere-se à perda de hidroxila. Na Figura 2b observa-se uma perda de massa total de 12,9%. Primeiramente observa-se uma perda menos pronunciada referente à perda de água e, em seguida, uma perda de massa associada à combustão de matéria orgânica.



Analisando a Figura 3a observa-se um pico endotérmico referente à perda de água adsorvida a 100°C, uma banda endotérmica entre 320°C e 420°C característica da presença de hidroxilas estruturais e de argilas ricas em ferro e um pico endo-exotérmico a cerca de 520°C característico da destruição do reticulado cristalino. Em relação à Figura 3b observa-se uma perda de massa total de 17,76%, sendo uma primeira perda de massa referente à água adsorvida e coordenada e uma segunda perda proveniente da combustão de matéria orgânica e perda de hidroxila. O comportamento diferenciado da amostra C pode estar relacionado a diferente natureza da amostra, já que as amostras A e B se referem à folhelhos e a amostra C a uma amostra de argila industrializada.

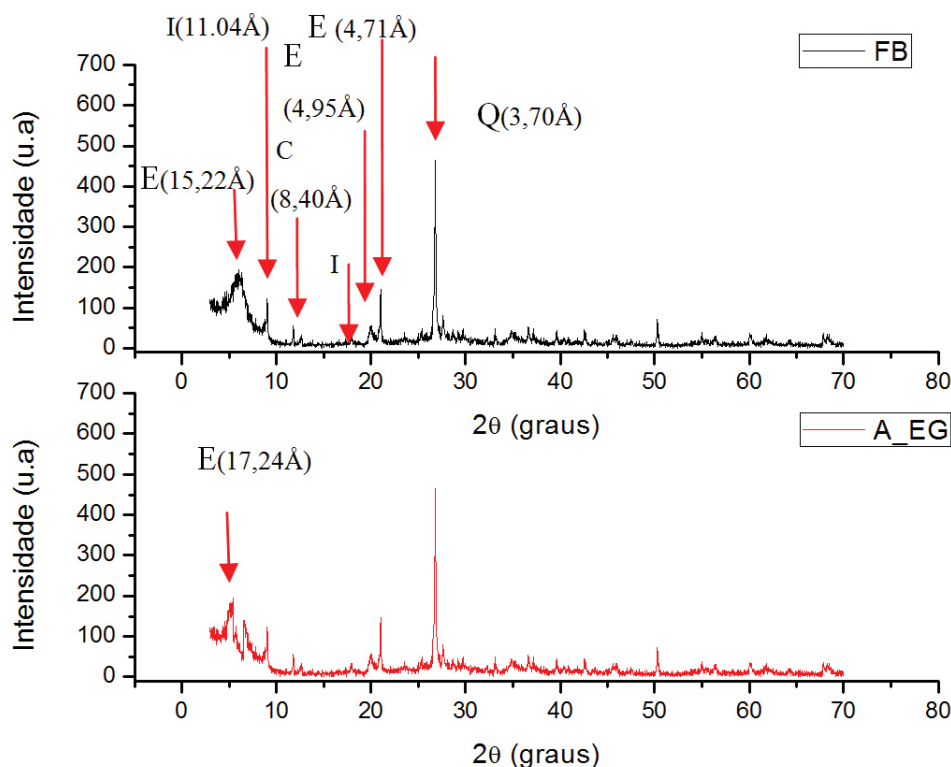
Para identificação de constituintes mineralógicos das amostras de formações reativas por meio de um estudo qualitativo foi utilizada a técnica de difração de raios-X (DRX). Observa-se os difratogramas de todas as amostras nas Figuras 4, 5 e 6. A simbologia existente nos gráficos é referente aos seguintes argilominerais: E - Grupo da Esmectita; I - Ilita; C - Caulinita; Q - Quartzo.

A Figura 4 apresenta em seu difratograma picos que caracterizam a presença de esmectita em sua composição como pode ser visualizado no deslocamento do pico de 15,22 Å para 17,24 Å, para a amostra tratada com etileno glicol. O pico a 4,95 Å também se refere a presença de argilominerais do grupo da esmectita na composição da

amostra analisada, pico de 11,04 Å se refere muito provavelmente a presença de ilita da amostra. A presença da caulinita fica evidenciada no pico a 8,40 Å, a presença do quartzo fica confirmada pela presença do pico a 3,70 Å.

Analisando-se o difratograma contido na Figura 5 observa-se a ausência de picos que caracterizam a presença de esmectita na composição da amostra B. Tal fato pode ser confirmado pela ausência de deslocamento de pico na presença de etileno glicol na amostra. Para esta amostra são observados os seguintes picos: a 11,04 Å, característico da presença de ilita, a 7,93 Å e 4,83 Å indicando presença de caulinita, e a 3,96 Å e 3,72 Å, característico da presença do quartzo.

A análise do difratograma da formação reativa a amostra C presente na Figura 6 evidencia claramente picos característicos da esmectita, a amostra apresenta picos que tornam provável a presença de quartzo em sua composição. Na Figura 6 pode ser visualizado no deslocamento do pico de 14,73 Å para 17,67 Å, para a amostra tratada com etileno glicol, o pico a 4,95 Å se refere à presença de argilominerais do grupo da esmectita, a presença do quartzo pode ser confirmada pela presença do pico a 4,72 Å e 3,70 Å. A presença de esmectita nas amostras A e C é constatada de acordo com os ensaios realizados, sendo assim, os resultados indicam que tais formações apresentam em suas composições frações de esmectita (formação com alto grau de expansão).



**Figura 4.** Difratograma de raios-X para a amostra A com e sem etileno glicol.

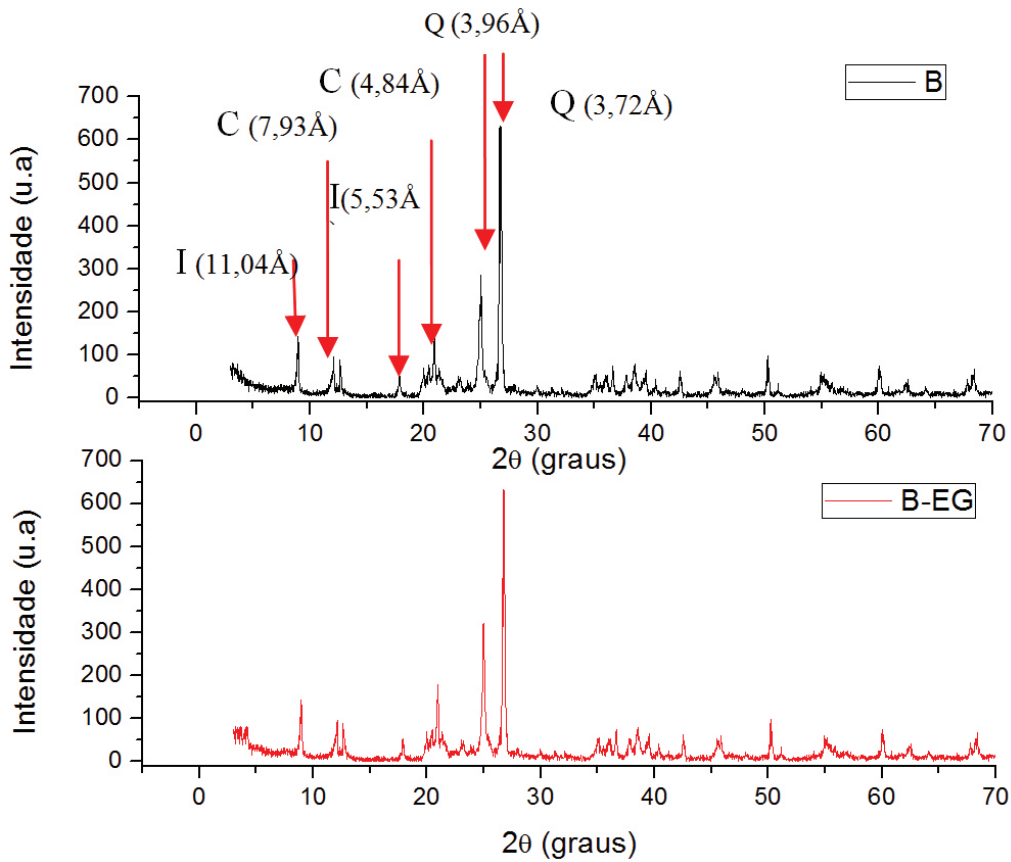


Figura 5. Difratoograma de raios-X para a amostra B com e sem etileno glicol.

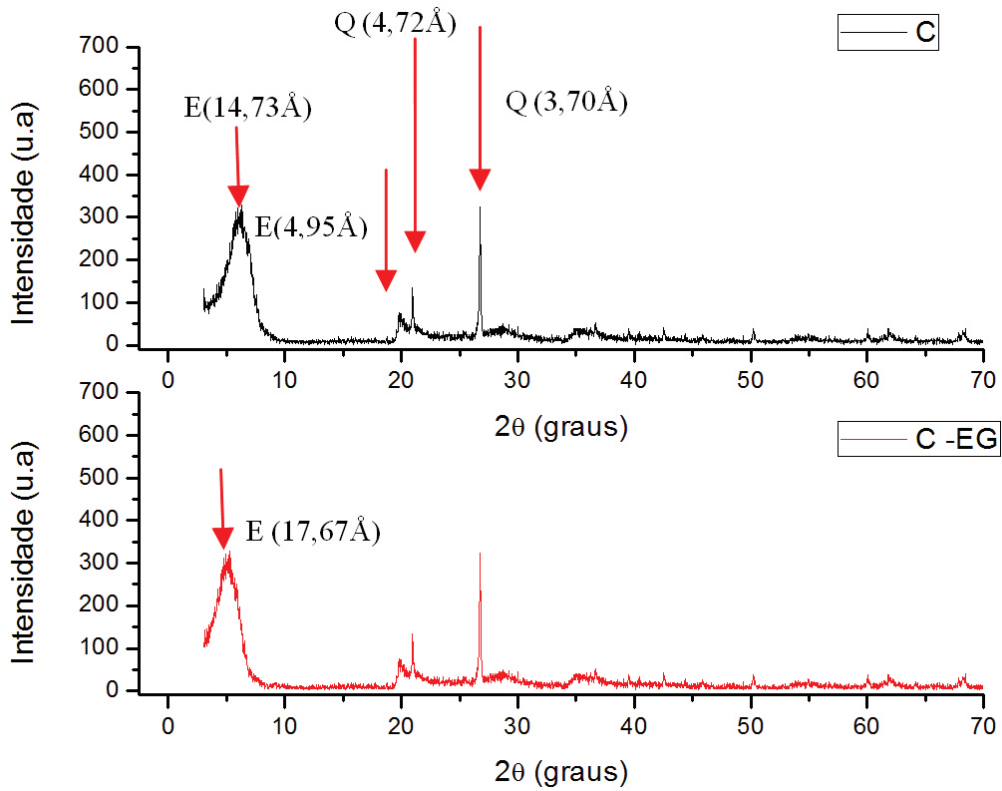
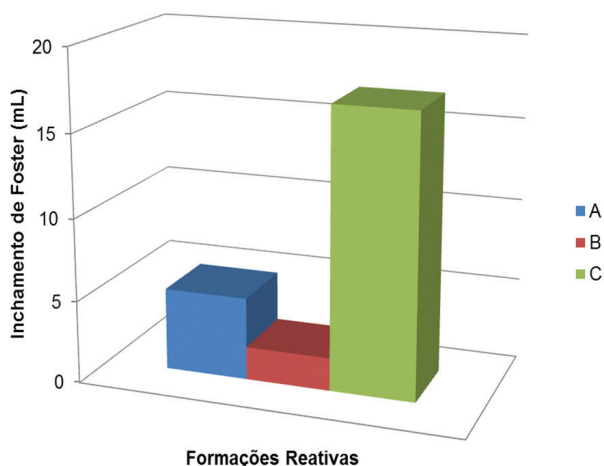


Figura 6. Difratoograma de raios-X para a amostra C com e sem etileno glicol.



**Figura 7.** Inchaço de Foster para as formações reativas estudadas.

O ensaio de inchaço de Foster foi realizado para as formações reativas estudadas conforme pode ser visto na Figura 7, a partir do ensaio pode-se observar que as formações que apresentaram indicativo da presença de esmectita de acordo com os ensaios de caracterização, também foram aqueles que apresentaram um maior valor de inchaço de Foster, confirmando assim, que a caracterização das amostras auxiliam na identificação da presença de argilominerais reativos nas formações estudadas.

#### 4 CONCLUSÕES

Com o objetivo de caracterizar folhelhos de locais distintos regiões do país para explicar a susceptibilidade

de hidratação de cada uma dessas formações, conclui-se que:

- As formações A e C, de acordo com o ensaio de CTC, apresentaram graus de reatividade semelhantes ao encontrado para as argilas bentônicas, o que indica uma grande capacidade de absorver água;
- As formações estudadas apresentaram grande proporção de silicatos e aluminatos;
- O folhelho B devido ao seu alto percentual de óxidos alcalinos apresenta provavelmente uma baixa reatividade em presença de água o que pode ser confirmado de acordo com o ensaio de Inchaço de Foster já as formações A e C, a partir da caracterização e Inchaço de Foster realizada apresentaram características que indicam alta reatividade;
- De acordo com os resultados de DRX, as formações A e C apresentaram picos característicos da esmectita, tal fato é comprovado pelo deslocamento do pico nos ensaios realizados com etileno glicol o que indica a presença desse argilomineral e conseqüentemente uma maior probabilidade de expansão frente à água.

#### Agradecimentos

À Capes e ao CNPq (Processo N° 305729/2010-1) pelo apoio financeiro, à System Mud Indústria e Comércio Ltda. pelo fornecimento dos aditivos estudados e ao Laboratório de Pesquisa de Fluidos de Perfuração - PEFLAB do LABDES/ UFCG.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Ismail I, Huang AP. The application of methyl glucoside as shale inhibitor in sodium chloride mud. *Jurnal Teknologi*. 2009;50:53-65. <http://dx.doi.org/10.11113/jt.v50.175>
- 2 Corrêa CC, Nascimento RSV, Sá CHM. Estudo das interações químicas e mecânicas entre rocha-fluido de perfuração que contribuem para a instabilidade dos poços de petróleo. In: ANP. Anais do 3. Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás; 2005; Salvador, Brasil. Brasília: ANP; 2004. p. 1-7.
- 3 Amorim LV, Gomes, CM, Silva FLH, Lira HL, Ferreira HC. Estudo reológico de fluidos de perfuração à base de água: influência do teor de sólidos, velocidade e tempo de agitação. *Águas Subterrâneas*. 2006;19:75-85.
- 4 Oort E. On the physical and chemical stability of shales. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. 2003;38:213-235. [http://dx.doi.org/10.1016/S0920-4105\(03\)00034-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0920-4105(03)00034-2)
- 5 Machado JCV. Reologia e escoamento de fluidos. Rio de Janeiro: Interciência; 2002.
- 6 Rabe C, Fontoura SAB. Efeito dos sais orgânicos nas propriedades físico-químicas de folhelhos. In: ANP. Anais do 2. Congresso Brasileiro de Petróleo e Gás; 2003; Rio de Janeiro, Brasil. Brasília: ANP; 2002. p. 1-6.
- 7 Ferreira HC, Zandonadi AR, Santos PS. Correlações lineares entre áreas específicas de caulins determinadas por diversos métodos: aplicação a alguns caulins do nordeste brasileiro (Estados da Paraíba e Rio Grande do Norte). *Cerâmica*. 1972;18:333-342.
- 8 International Center for Diffraction Data - ICDD. Powder Diffraction File 02, PDF-02 Release 2013. 2013 [acesso em jun 2013]. Disponível em: <http://www.icdd.com/products/index.htm>



- 9 Foster MD. Geochemical studies of clay minerals: II - relation between ionic substitution and swelling in montmorillonite. *American Mineralogy*. 1953;38:994-1006.
- 10 Santos PS. *Ciência e tecnologia de argilas*. v. 2. São Paulo: Edgard Blücher; 1992.
- 11 Rabe C. Estudo experimental da interação folhelho-fluido através de ensaios de imersão [tese de doutorado]. Rio de Janeiro: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro; 2003.
- 12 Meléndez VMA. Avaliação experimental dos parâmetros de transporte em folhelhos [dissertação de mestrado]. Rio de Janeiro: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro; 2010.
- 13 Alves Junior R, Dutra RPS, Campos LFA, Ferreira HS, Nascimento RM, Lima SJG. Utilização de matérias primas argilosas no desenvolvimento de materiais cerâmicos especiais: Parte I – Caracterização. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*. 2012;7:117-122.

Recebido em: 17/06/2013

Aceito em: 24/09/2013