ESTUDO DO EFEITO DA HIDRATAÇÃO E DO CONGELAMENTO NA DELAMINAÇÃO DE ARGILAS BENTONÍTICAS

J. Gomes (1); A. I. O. Rocha(1); G. A. Neves(1); H. C. Ferreira(1);R. R. Menezes(2); L. N. L. Santana (1)
Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande. Av. Aprígio Veloso 882, Bodocongó, Campina Grande, PB
josileido@yahoo.com.br, lisiane@dema.ufcg.edu.br
(1) Universidade Federal de Campina Grande. (2) Universidade Federal da Paraíba

RESUMO

Argilas bentoniticas apresentam uma vasta gama de aplicações industriais, desde a indústria do petróleo à farmacêutica e de cosméticos. A sua aplicação em alguns desses setores pode ser melhorada pela diminuição da granulometria. A delaminação de argilas é um processo onde as lamelas são separadas. Expostas à umidade atmosférica as bentonitas adsorvem água, provocando a delaminação das camadas 2:1 dos cristais. A água apresenta maior densidade à temperatura de 4ºC , e expande a 0 ºC ocupando maior volume. Assim, esse trabalho tem por objetivo analisar o efeito da hidratação e do congelamento na delaminação de argilas bentoníticas. As argilas foram caracterizadas química e mineralogicamente, posteriormente foram submetidas à hidratação durante 24 horas e ao congelamento. Com base nos resultados observou-se que a hidratação e o congelamento favoreceram a delaminação das argilas bentoniticas e que esses procedimentos foram mais eficazes para a argila contendo o óxido de sódio.

Palavras-chave: Bentonita, processos de delaminação, nanopartículas.

INTRODUÇÃO

Argilas são materiais de grande interesse científico e tecnológico, tendo aplicações difundidas em vários campos, como cerâmica, fabricação de papel, absorção de poluentes ambientais, trocadores de íons, catálise, etc. [1]. Muitas destas aplicações estão relacionadas às propriedades de adsorção das argilas.

As argilas bentonitas, de modo especial, vêm sendo crescentemente utilizadas com fins tecnológicos, sendo incluídas na classe dos minerais de maior interesse industrial em virtude de sua elevada área específica e capacidade de troca de cátions [2]. Entretanto, bentonitas comerciais apresentam larga granulometria e sua trabalhabilidade pode ser melhorada pela diminuição do tamanho de partícula. Por isso existem tantas pesquisas voltadas à delaminação dessas argilas.

Um dos métodos para classificar as bentonitas é baseado na capacidade de expansão do mineral pela absorção de água. Bentonitas sódicas expandem mais e apresentam um aspecto de gel, enquanto que as bentonitas cálcicas expandem menos ou simplesmente não expandem [3].

Em meio aquoso, a bentonita sódica adsorve continuamente várias camadas de moléculas de água inchando e aumentando de volume. A adsorção de água, de modo contínuo, provoca o desfolhamento ou delaminação individualizado das camadas 2:1 dos cristais até completa dispersão em água, proporcionando à bentonita sódica usos tecnológicos exclusivos e característicos [4].

A água apresenta a maior densidade (menor volume) a temperatura de 4 ºC. Ao diminuir a temperatura a água se expande até que a O ºC ocupa um volume cerca de 10% maior, mudando então de estado, de líquido para sólido [5].

Portanto, a hidratação da bentonita associada ao congelamento da mesma pode favorecer ao processo de delaminação da argila, pois, a água absorvida entre as camadas, quando congelada, aumenta de volume favorecendo o desfolhamento da bentonita reduzindo a granulometria. Esse trabalho tem por objetivo analisar o efeito da hidratação e do congelamento na separação granulométrica de argilas bentoníticas submetidas ao processo de desaglomeração por agitação.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas duas amostras de argilas bentonitas naturais provenientes de jazidas localizadas no município de Cubati - PB. As amostras serão denominadas de amostra A e amostra B.

As amostras de argilas bentoniticas foram secas em estufa a 60ºC, em seguida moídas em moinho tipo galga durante 4 horas e passadas em peneiras ABNT Nº 200 (abertura de 74 μm). As caracterizações física, química e mineralógica das amostras A e B foram realizadas através da determinação da distribuição do tamanho de partículas por difração de laser (CILAS modelo 1064 LD), análise química (Shimadzu modelo EDX-720) e análise mineralógica (DRX), com radiação Cu Kα (Shimadzu XRD-6000).

No processo de delaminação por hidratação, foram usados 87g de bentonita para 315 ml de água deionizada, e deixado em repouso por 24 horas, em seguida foi feita a desaglomeração em moinho de alumina com rotação de 30rpm durante 4 e 8 horas. Após a desaglomeração foi vertida em provetas e coleta a fração superior, em torno de 70% do volume, após vinte quatro horas, essa fração coleta foi analisada granulometricamente.

Para a delaminação usando congelamento, foi usado o mesmo procedimento anterior, de modo que as amostras após hidratadas passaram pelo congelamento por 24 horas em freezer domestico marca CONSUL. Após o congelamento a mostra foi descongelada e submetido à desaglomeração em moinho de alumina por 4 e 8 horas. O processo de coleta e análise granulométrica foi semelhante ao processo anterior.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta a composição química semi-quantitativa das amostras das bentonitas estudadas.

Tabela 1 – Composição química das amostras

Amostras	*PF*[a]	*SiO_2*	*Al_2O_3*	*Fe_2O_3*	*MgO*	*Na_2O*	*K_2O*	*CaO*	*Outros óxidos*	*Total (%)*
A	**12,04**	**46,30**	**24,96**	**3,74**	**0,00**	**0,00**	**0,66**	**0,43**	**11,84**	**100**
B	**10,52**	**54,64**	**25,51**	**3,50**	**3,48**	**0,76**	**0,62**	**0,60**	**0,34**	**100**

PF - Perda ao fogo após secagem a 110^{o}C.

Verifica-se que as amostras apresentaram perda de massa 12,04 e 10,52 o que está relacionada à perda de água livre e adsorvida, hidroxilas dos argilominerais e queima da matéria orgânica.

Observa-se que o teor de Fe_2O_3 nas amostras foi de aproximadamente 4,0%, estando dentro da faixa de valores observados na literatura para argilas bentoníticas sul-americanas[6,7], bem como os teores de óxidos alcalinos e alcalinos terrosos (MgO, CaO e K_2O).

Os difratogramas das amostras de bentonitas A e B são apresentados na Figura 1. Observa-se, qualitativamente, que as amostras A e B apresentam teores do argilomineral esmectítico. No entanto, verifica-se também a presença de caulinita e quartzo nestas amostras. Através dos difratogramas de raios X pode-se verificar que o Fe_2O_3 presente nas amostras está provavelmente relacionado ao ferro presente na estrutura cristalina do argilomineral do grupo da esmectita, já que não foi observada a presença de goetita, ou outras fases que poderiam ser fontes de óxidos e hidróxidos de ferro.

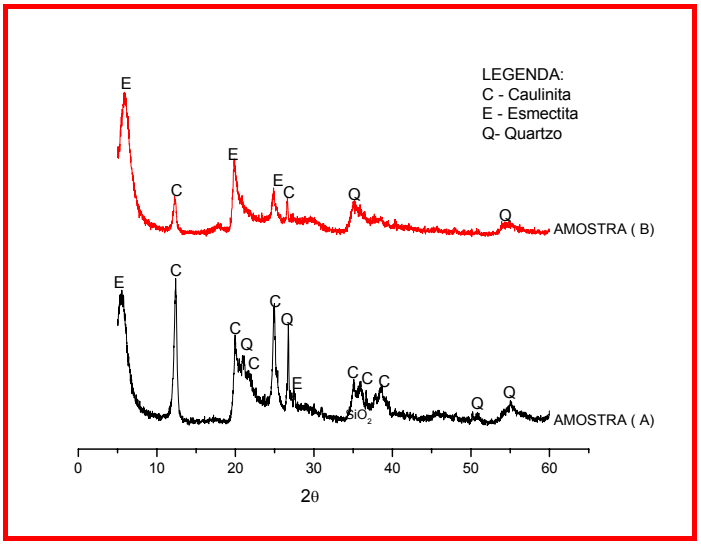


Figura 1 - Difração de raios X das amostras A e B.

A Tabela 2 apresenta dados da distribuição de tamanho de partículas para frações acumuladas abaixo de 0,10 µm, 0,20 µm, 0,75 µm e 2,0 µm das argilas bentoniticas. As amostras A e B apresentaram fração acumulada abaixo de 2,0 µm de 38,49 e 20,66% respectivamente.

Tabela 2 - Análise granulométrica inicial das amostras de bentonitas

Amostras	*Fração acumulada (diâmetro < 0,10 µm)*	*Fração acumulada (diâmetro < 0,20 µm)*	*Fração acumulada (diâmetro < 0,75 µm)*	*Fração acumulada (diâmetro < 1,00 µm)*	*Fração acumulada (diâmetro < 2,00 µm)*
A	1,29	3,73	15,91	21,50	38,49
B	0,18	0,60	4,38	7,76	20,66

As Figuras 2 e 3 apresentam os resultados das análises granulométrica das amostras (A e B), após processo de hidratação por 24 horas, desaglomeração por 4 e 8 horas seguido de decantação em provetas durante 24 horas.

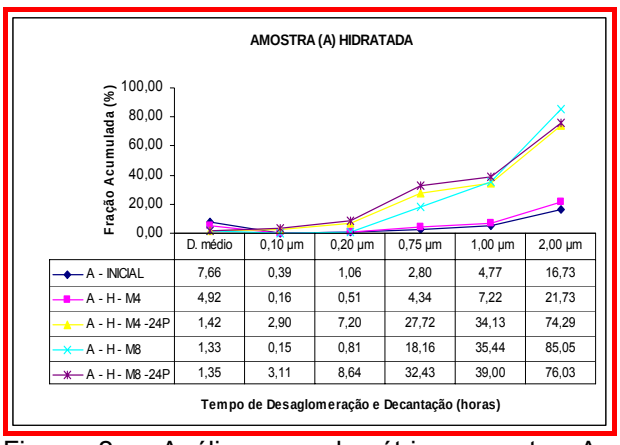


Figura 2 - Análise granulométrica amostra A, hidratada e desaglomerada por 4 e 8 horas.

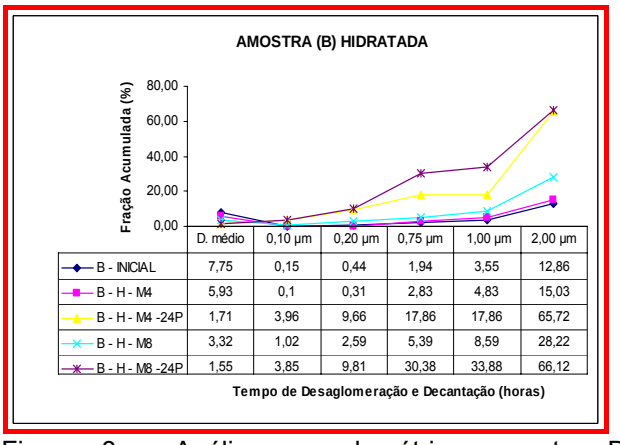


Figura 3 - Análise granulométrica amostra B, hidratada e desaglomerada por 4 e 8 horas.

A - INICIAL - Amostra inicial
A - H - M4 - Hidratada e desaglomerada por 4 horas.
A - H - M4 - 24P - Hidratada e desaglomerada por 4 horas e 24 horas de decantação em provetas.
A - H - M8 - Hidratada e desaglomerada por 8horas.
A - H - M8 - 24P - Hidratada e desaglomerada por 8horas e 24 horas de decantação em provetas.

B - INICIAL - Amostra inicial.
B - H- M4 - Hidratada e desaglomerada por 4 horas.
B - H - M4 - 24P - Hidratada e desaglomerada por 4 horas e 24 horas de decantação em provetas.
B - H - M8 - Hidratada e desaglomerada por 8 horas.
B - H - M8 - 24P - Hidrata e desaglomerada por 8 horas e 24 horas de decantação em provetas.

Analisando os resultados da amostra A, Figura 2, observa-se que houve um redução significativa do diâmetro médio para todas as etapas de desaglomeração, passando de 7,66µm para 4,52µm e 1,33µm após 4 e 8 horas de desaglomeração respectivamente e para 1,42 µm e 1,35 µm após a decantação em proveta por 24h.

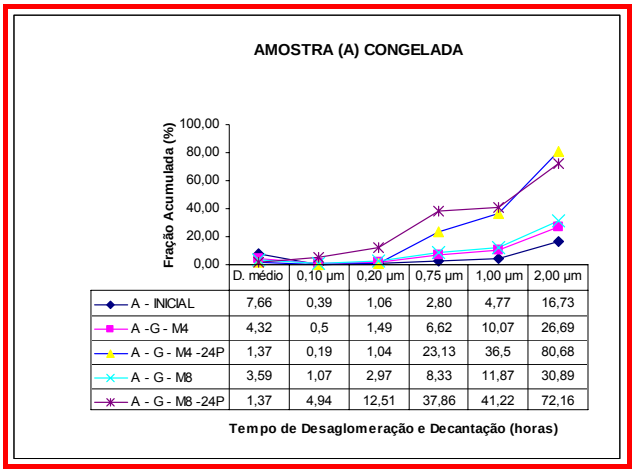
Para a fração acumulada abaixo de 0,20µm esses valores aumentaram de 1,06% inicialmente para 7,20 % e 8,64% para os tempos de desaglomeração de 4 e 8 horas seguido de decantação. Para a fração abaixo de 2,00µm esses valores passaram de 16,73% inicialmente para 74,29% e 76,03%.

Analisando os resultados apresentados pela amostra B, Figura 3, pode-se observar que a mesma apresentou também uma redução significativa do diâmetro médio quando submetida ao mesmo processo, passando de 7,75µm para 5,53µm e 3,32 µm após desaglomeração por 4 e 8 horas, respectivamente, e para 1,71µm e 1,55µm após sedimentação em proveta por 24 horas.

Para a fração abaixo de 0,20µm, a fração acumulada que inicialmente era de 0,44% aumentou para 9,66% e 9,81% para desaglomeração de quatro e oito horas, respectivamente, seguida de decantação em provetas. Para a fração argila 2,00 µm que inicialmente apresentava fração inicialmente acumulada de 12,85% houve um aumento dessa fração para 65,72% e 66,12%.

Fazendo uma análise geral, podemos observar que a hidratação e o aumento do tempo de moagem favoreceram a redução do diâmetro médio das amostras estudadas, sendo que essa redução foi maior na amostra A, provavelmente isso tenha ocorrido devido à ausência do sódio, reduzindo a possibilidade de formação de aglomerados. Para a fração argila, no geral, a hidratação e o tempo de desaglomeração favoreceram ao aumento da fração acumulada abaixo de 2,00µm, sendo que os melhores resultados foram apresentados pela amostra A.

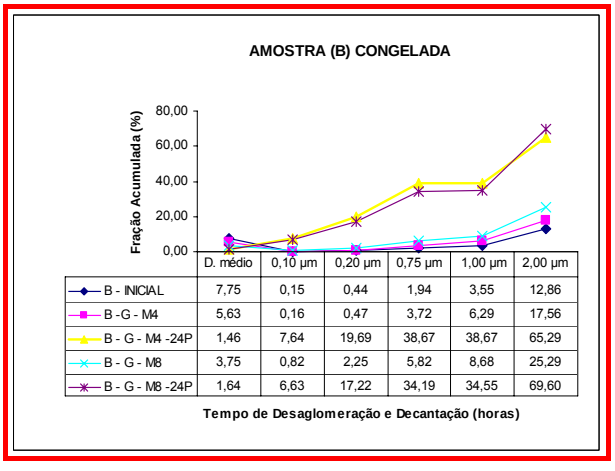
As Figuras 4 e 5 mostram os resultados das análises granulométrica das amostras (A e B), após os processos de hidratação e congelamento.



	D. médio	0,10 µm	0,20 µm	0,75 µm	1,00 µm	2,00 µm
A - INICIAL	7,66	0,39	1,06	2,80	4,77	16,73
A -G - M4	4,32	0,5	1,49	6,62	10,07	26,69
A - G - M4 -24P	1,37	0,19	1,04	23,13	36,5	80,68
A - G - M8	3,59	1,07	2,97	8,33	11,87	30,89
A - G - M8 -24P	1,37	4,94	12,51	37,86	41,22	72,16

Figura 3- Análise granulométrica da amostra A, hidratada, congelada e desaglomerada por 4 e 8 horas.

A - INICIAL - Amostra inicial.
A - G - M4 - Hidratada congelada e desaglomerada por 4 horas.
A - G - M4 - Hidratada congelada e desaglomerada por 8 horas e 24 horas de decantação em provetas.
A - G - M8 - Hidratada congelada e desaglomerada por 8horas.
A - G - M8 - 24P - Hidratada congelada e desaglomerada por 8 horas e 24 horas de decantação em provetas.



	D. médio	0,10 µm	0,20 µm	0,75 µm	1,00 µm	2,00 µm
B - INICIAL	7,75	0,15	0,44	1,94	3,55	12,86
B -G - M4	5,63	0,16	0,47	3,72	6,29	17,56
B - G - M4 -24P	1,46	7,64	19,69	38,67	38,67	65,29
B - G - M8	3,75	0,82	2,25	5,82	8,68	25,29
B - G - M8 -24P	1,64	6,63	17,22	34,19	34,55	69,60

Figura 4 - Análise granulométrica da amostra B, hidratada, congelada e desaglomerada por 4 e 8 horas.

B - INICIAL - Amostra inicial.
B - G - M4 - Hidratada congelada e desaglomerada por 4 horas.
B - G - M4 - Hidratada congelada e desaglomerada por 8 horas e 24 horas de decantação em provetas.
B - G - M8 - Hidratada congelada e desaglomerada por 8horas.
B - G - M8 - 24P - Hidratada congelada e desaglomerada por 8 horas e 24 horas de decantação em provetas.

Analisando os resultados observa-se que houve uma redução significativa do diâmetro médio das partículas para as duas amostras estudadas. Para a amostra A, o tamanho inicial era de 7,66μm e reduziu para 4,32μm e 3,59μm nos tempos de 4 e 8 horas de desaglomeração, respectivamente. Quando essa mesma amostra passou pelo processo de decantação em provetas a redução de diâmetro médio foi ainda maior, passando para 1,37μm em ambos os casos. A amostra B também apresentou redução significativa do tamanho de partícula, o diâmetro médio que era inicialmente de 7,75 μm, reduziu para 4,63μm e 3,75μm após desaglomeração em moinho por 4 e 8 horas, respectivamente. Quando essa mesma amostra foi submetida à decantação em provetas, essa redução foi bem mais intensa, chegando a 1,46μm e 1,64μm.

Analisando os resultados das amostras A e B, para a fração abaixo de 0,20μm, observou-se que o procedimento utilizado aumentou o percentual dessa fração para as duas amostras estudadas. Quando as amostras foram submetidas à decantação e desaglomeração por 8 horas, esses valores tornaram-se bem mais elevados mostrando a eficiência do processo na separação das fases mais grosseira presente nas soluções. Para a amostra A, a fração acumulada passou para 12,51% e para a amostra B para 19,69%.

Em relação à fração argila, a fração acumulada abaixo de 2,00μm também aumentou nas duas amostras após o processo de hidratação e congelamento. Os valores iniciais dessa fração que eram de 16,73 e 12,86% para as amostras A e B, respectivamente, passaram para 26,69 e 30,69% na amostra A e para 17,56 e 25,29% na amostra B para os tempos de 4 e 8 horas de desaglomeração, respectivamente. Após as amostras serem submetidas à decantação, os resultados observados foram ainda mais significativos, 80,68 e 72,16% para a amostra A e 65,29 e 69,60% para a amostra B.

Comparando os resultados das amostras A e B para a fração abaixo de 0,20 e 2,00μm, observa-se que amostra A, apresentou fração acumulada maior para 2,00μm do que a amostra B, o efeito da hidratação e do congelamento mostrou-se bastante eficiente, já que nesse caso o processo atua sobre partículas mais grosseiras, hidratando-as, e quando congelada o gelo passa a atuar de forma a aumentar a distancia entre as partículas, devido ao aumento do volume, favorecendo a desaglomeração.

CONCLUSÕES

As amostras apresentaram teores de óxido de ferro e de óxidos alcalinos e alcalinos terrosos (MgO, CaO e K_2O) dentro dos observados para bentonitas sul-americanas; através dos difratogramas das amostras pode-se observar que as amostras são constituídas por argilomineral esmectítico, caulinita e quartzo. Quanto aos processos de delaminação por hidratação e congelamento, os resultados mostraram que os processos favoreceram consideravelmente a redução dos diâmetros médios das partículas, bem como, o aumento no percentual da fração acumulada abaixo de 2,00 e 0,20 µm.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPQ pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

(1) POLI, A. L. ; BATISTA, T. ; SCHIMITT, C. C. ; GESSNER, F. ; NEUMANN, M.G. Effect of sonication on the particle size of montmorillonite clays. **Journal of Colloid and Interface Science**, v.325, p.86-390, 2008.

(2) MENEZES, R. R.; ÁVILA JÚNIOR, M. M.; SANTANA, L. N. L.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C., Comportamento de expansão de argilas bentoníticas organofílicas do estado da Paraíba, **Cerâmica**, v. 54 n°. 330, p. 152-159, 2008.

(3) BOTELHO, K. T, **Síntese de Argilas Organofílicas e sua Incorporação em Polimerização *in situ* para a Obtenção de Nanocompósitos Antichamas de Poliestireno**. 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal De Santa Catarina, UFSC, Florianópolis.

(4) VALENZUELA DÍAZ, F. R. “Obtenção de argilas organofilicas partindo-se de argila esmectitica e do sal quaternario de amonio ARQUAD 2HT-75", **Anais do 43º Congresso Brasileiro de Cerâmica (CD-Rom),** Florianópolis-SC, 1999, p. 43201-43213.

(5) TINKLE, W. J. Um planeta adequado à vida. **Folha Criacionista.** n°. 12 p. 45 – 81. 2009.

(6) CARRERA, A. M. M., VARAJÃO, A. F. D. C., GONÇALVES, M. A., **REM: Revista Escola de Minas,** n°.61, p.97, 2008.

(7) LIRA, L. M.; CABRAL, L. M.; **Avaliação de sistemas nanoparticulados baseados em bentonita sódica purificada como incrementadores de dissolução em comprimidos preparados por granulação úmida e compressão direta**, 2004. Dissertação (Mestrado em Ciências farmacêuticas), Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Rio de Janeiro.

STUDY OF THE EFFECT OF HYDRATATION AND FREEZING ON BENTONITE CLAYS DELAMINATION.

ABSTRACT

Bentonite clays present a vast range of industrial applications, from the petroleum to pharmaceutical and cosmetics industries. The applications for some of these areas can be improved by the decrease of its granulometry. Delamination of clays is a process in which the layers are separated. When exposed to atmospheric humidity, bentonites absorb water, causing the delamination of the 2:1 crystal layers. Water presents higher density in temperatures of 4°C and expands at 0°C. Thus, this work aims to analyze the effect of hydratation and freezing on bentonite clays delamination. The clays have been chemical and minerologically characterized, and then have been submitted to hydratation for 24h and freezing. Based on the results, it has been observed that hydratation and freezing favored the bentonite clays delamination and that these procedures have been more effective for the clay containing sodium oxide.

Keywords: Bentonite, delamination process, nanoparticule.