

CARACTERIZAÇÃO DA ARGILA ATAPULGITA NATURAL E ATAPULGITA TRATADA

L. G. Domingos^{1*}, A. C. da Silva¹, E. N. Ito², W. Acchar³

1* - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, PPGCEM/UFRN, Natal – RN - luagodo@gmail.com

2 – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Depto de Engenharia de Materiais, DEMat/UFRN, Natal - RN

3 – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Depto de Física, DF/UFRN, Natal – RN

RESUMO:

A atapulgita é uma argila especial que possui elevada área superficial, devido a sua estrutura fibrosa e elevada razão de aspecto. Por serem materiais naturais, e no caso da atapulgita que possui canais em sua estrutura, podem possuir impurezas agregadas e matéria orgânica. Para a limpeza desses canais é realizada a ativação ácida. O presente trabalho objetivou ativar a argila com peróxido de hidrogênio e com solução de 5M de ácido sulfúrico em um agitador magnético por 1 hora a temperatura de 70°C. A argila foi caracterizada por MEV/EDS, DRX e medida de área superficial pelo método de BET. O tratamento realizado foi eficaz na remoção da dolomita, impureza agregada à argila, e uma diminuição do teor de quartzo.

Palavras Chave: Atapulgita, ativação ácida, ácido sulfúrico.

INTRODUÇÃO

O representante típico dos argilominerais fibrosos é a paligorsquita. O nome correto do argilomineral bem como da argila é paligorsquita (“palygorskite”), que é um sinônimo da atapulgita, termo utilizado industrialmente. Neste trabalho, adotou-se o nome atapulgita por este ser o mais utilizado comercialmente ^(1,2).

A atapulgita é um argilomineral representante das argilas com morfologia tipicamente fibrosa. Possui uma estrutura de camadas 2:1 em forma de fita com duas unidades tetraédricas de silicato invertida ligadas por uma unidade octaédrica interrompida ⁽³⁾.

Devido à inversão das fitas tetraédricas e da interrupção das fitas octaédricas, a atapulgita possui uma estrutura porosa com canais de 3,7 Å x 6,4 Å (0,37 nm x 0,64 nm) na seção transversal. Sua fórmula química $Mg_5Si_8O_{20}(OH)_2(OH_2)_4 \cdot 4H_2O$ varia devido à substituição parcial do Mg^{2+} por Al^{3+} e Fe^{3+} ^(3,4).

Esses argilominerais, geralmente, contêm materiais e minerais, tais como matéria orgânica, partículas de quartzo, mica, calcita, dolomita e impurezas nos canais estruturais. A retirada da matéria orgânica e dos demais minerais é importante em função da aplicação desejada. A limpeza dos canais é realizada através de um processo denominado ativação ácida ^(3,5).

A ativação ácida é um processo que utiliza ácidos fortes, como HCl e H₂SO₄ que dissolvem sais solúveis reduzindo teores de ferro e alumínio na argila e remove impurezas, como carbonatos. Para a limpeza desses canais é realizado o tratamento da argila, onde se utiliza diferentes ácidos, e variadas temperaturas, resultando no aumento da área superficial da argila ⁽⁵⁻⁷⁾.

O presente trabalho teve como objetivo realizar um tratamento ácido na atapulgita através da exposição da mesma na solução de H₂SO₄ sob agitação magnética.

MATERIAIS E MÉTODOS

Utilizou-se neste trabalho a argila atapulgita (ATP) natural da União Brasileira de Mineração S.A. (UBM). Foram realizados dois procedimentos antes da ativação ácida. Primeiramente foi realizado o peneiramento de 50 g da argila para a retirada do quartzo na peneira de 200 mesh. Em seguida a argila passante foi colocada em um Becker de 200 ml, adicionado água destilada e 150 ml de Peróxido de Hidrogênio - H₂O₂ 30%. A solução foi colocada em um misturador por 24 horas em uma rotação de 310 rpm. Após as 24 horas, a argila foi seca em estufa a 100°C e desagregada em um almofariz.

Com base na literatura ^(5,6), foi escolhido à concentração de 5M, mas com ácido sulfúrico. Em um Becker de 2500 ml foi colocado 20g da argila e 1000 ml da solução de 5M de ácido sulfúrico em um agitador magnético a 70°C durante 1 hora. Após 1 hora a solução foi filtrada e lavada com 4000 ml de água destilada até o pH igual a 5, que é o pH da água destilada. Em seguida, a argila foi seca em estufa a 100°C e desagregada em um almofariz.

Para a caracterização morfológica e química (qualitativa) foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura (MEV) acoplado com detector de EDS SwiftED – 3000 – Oxford. Para a identificação das fases da atapulgita foi utilizado um difratômetro de raios X Shimadzu modelo XDR-6000, com radiação Cu K α a 40kV/30mA. A variação na área superficial da atapulgita foi acompanhada pela medida de área BET em equipamento QUANTA CHROME de modelo NOVA 2000.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra as micrografias de MEV para a atapulgita natural e após o tratamento ácido com solução de 5M H_2SO_4 . A atapulgita apresenta morfologia fibrosa, mas muito aglomerada. Esta aglomeração pode estar associada às impurezas e a matéria orgânica contida na argila. Com o tratamento as fibras ficam mais dispersas.

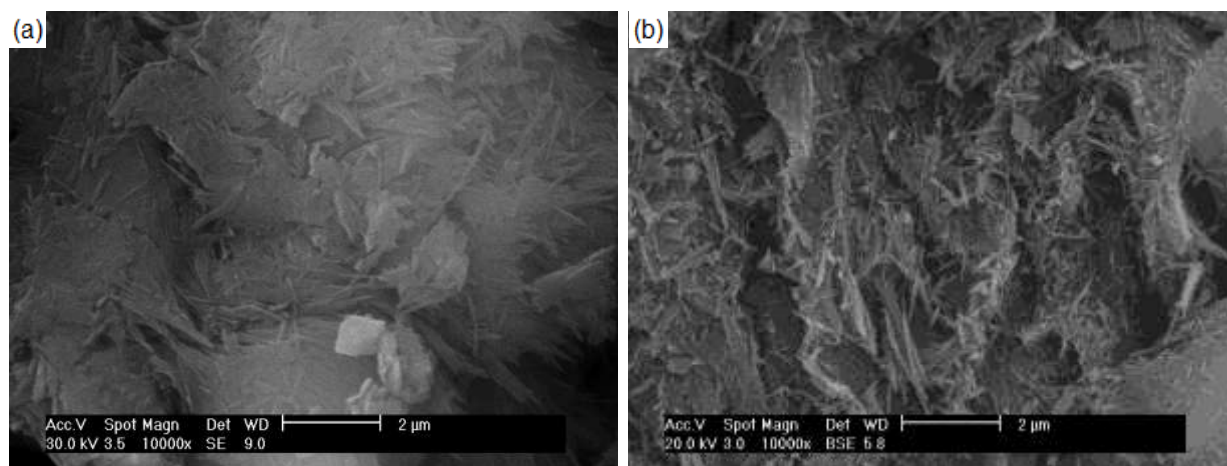


Figura 1 - MEV da atapulgita (a) natural e (b) 5M H_2SO_4 .

O EDS da atapulgita natural (Figura 2 (a)) mostra seus elementos constituintes (Si, O, Mg, Al, Fe) e de impurezas como Ca e Fe, em pequenas concentrações. Com o tratamento ácido (Figura 2 (b)) o Ca foi removido. Provavelmente, reagiu com o ácido gerando sais.

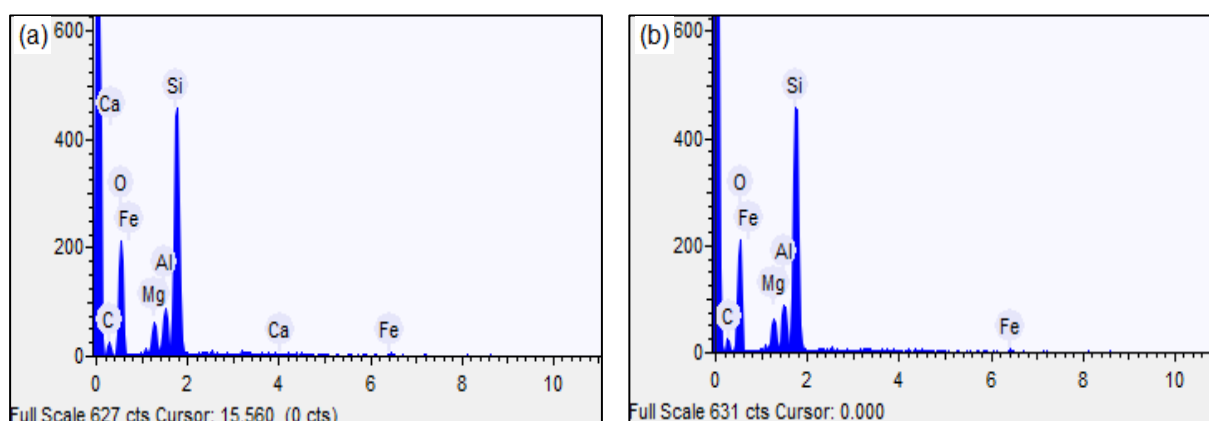


Figura 2 - EDS da atapulgita, (a) natural e (b) 5M H_2SO_4 .

Através do difratograma (Figura 3 (a)), foi possível encontrar três fases presentes, atapulgita $[\text{Mg}_5(\text{Si},\text{Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, quartzo $[\text{SiO}_2]$ e dolomita $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$, cujas fichas são JCPDS 31-0783, JCPDS 05-0490 e JCPDS 36-0426,

respectivamente. Um pico de difração típico da atapulgita ocorre a $2\theta = 8,4^\circ$ e é atribuído à difração primária do plano da face do cristal (110) ⁽⁸⁾. Foi realizado um tratamento de peneiramento para a retirada do quartzo, mas não houve uma diferença significativa no procedimento de peneiramento, ocorrendo apenas uma pequena diminuição no seu pico característico, como mostrado na Figura 3 (b). O tratamento ácido foi eficaz para a remoção do cálcio encontrado na dolomita, a qual reage com o ácido gerando sais, também mostrado na Figura 3 (b).

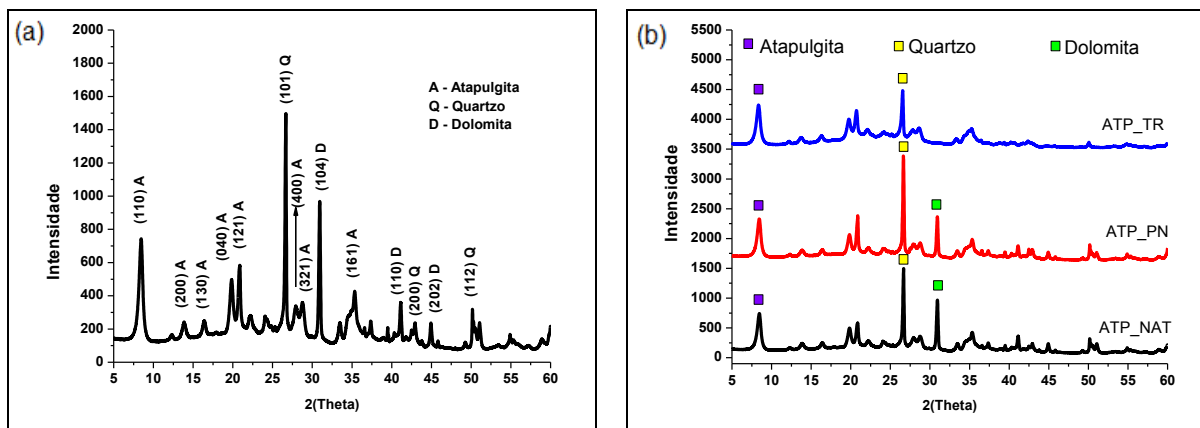


Figura 3 - Difratogramas da atapulgita. (a) natural e (b) natural – ATP_NAT, com o tratamento de 5M H₂SO₄ – ATP_TR e peneirada – ATP_PN.

Na Tabela 1 mostra os resultados da área superficial BET da ATP_NAT e ATP_TR submetida a 5M de H₂SO₄.

Tabela 1 - BET da atapulgita natural e após o tratamento ácido.

Amostra	Área (m ² /g)
ATP_NAT	129,83
ATP_TR	221,81

Observa-se que a área superficial teve um aumento de 171%. Este aumento foi significativo e pode indicar que, o tratamento com o ácido sulfúrico, foi eficiente na remoção de impurezas contida na argila e em seus canais, resultando em uma possível liberação dos canais mantendo a estrutura cristalina da atapulgita.

CONCLUSÕES

O tratamento ácido na concentração de 5M de H₂SO₄ foi eficaz na remoção de materiais acessórios contidos na argila, como a dolomita. E com a remoção

dessas impurezas promoveu um aumento na área superficial da argila, mantendo sua estrutura.

AGRADECIMENTOS

Agradece ao Projeto CNPq número 550011/2010-2 pela bolsa de mestrado; ao CNPq Processo n.: 474821/2008-0 pelo apoio de infraestrutura; a UBM pela gentil doação da argila.

REFERÊNCIAS

- (1) HADEN, W.; SCHWINT, I. Attapulgitite: its properties and applications. *Industrial Engineering Chemistry*, 59 (9), 58-69, 1967.
- (2) LUZ, A.; ALMEIDA, S. Atapulgitite e sepiolite. CETEM. Cap. 10, p.223-238, 2008.
- (3) SANTOS, P. S. Ciência e Tecnologia de Argilas. 2 ed. São Paulo: Ed. Edgardb Blücher, 1989.
- (4) LUZ, A. B.; BALTAR, C. A. M.; BALTAR, L. M.; OLIVEIRA, C. H.; BALTAR, L. M. "CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E TECNOLÓGICA DE ATAPULGITAS DO PIAUÍ". Em: Luz, A.B.; Baltar, C.A.M.; Oliveria, C.H.; Baltar, L.M. *Insumos Minerais para Perfuração de Poços de Petróleo*, 1 ed, capítulo 5, Rio de Janeiro, CETEM, 2003.
- (5) BARRIOS, M. S.; GONZALEZ, L.V. F., RODRIGUEZ, M. A. V., POZAS, J. M. M. Acid activation of a palygorskite with HCl: Development of physico-chemical, textural and surface properties. *Applied Clay Science* v. 10 p. 247-258, 1995.
- (6) NETO, J.P.; ALMEIDA, S.L.M., CARVALHO, R.M. Atapulgitite do Piauí para a Indústria Farmacêutica, vol. 64, Série Tecnologia Mineral, CETEM, 1993.
- (7) RODRIGUES, M. G. F.; PEREIRA, K. R. O., DIAZ, F. R. V. Obtenção e caracterização de materiais argilosos quimicamente ativados para utilização em catálise. *Cerâmica* v. 52 p.260-263, 2006.
- (8) PAN, B.; YUE, Q.; REN, J.; WANG, H.; JIAN, L.; ZHANG, J.; YANG, S. A study on attapulgitite reinforced PA6 composites. *Polymer Testing*, v. 25, p. 384–391, 2006.

CHARACTERIZATION OF NATURAL AND CLAY ATTAPULGITE ATTAPULGITE TREATED

ABSTRACT

The attapulgite clay is a particular having high surface area, because of its fibrous structure and high aspect ratio. Because they are natural materials, in the case of attapulgite and having channels in its structure may have aggregated impurities and organic matter. For cleaning of such channels is carried out at acid activation. This study aimed to activate the clay with hydrogen peroxide and a solution of 5M sulfuric acid on a magnetic stirrer for 1 hour at 70 ° C. The clay was characterized by SEM / EDS and XRD surface area measured by BET method. The treatment was effective in the removal of dolomite, clay aggregate impurity, and a decrease in quartz content.

Keywords: attapulgite, acid activation, sulfuric acid.