

## Caracterização e Estudo do Clareamento de Diatomitas da Região Nordeste por Tratamento Químico e Térmico

A. J. Schwanke<sup>a\*</sup>, S. B. C. Pergher<sup>a,b</sup>

<sup>a</sup> Programa de Pós-Graduação e Ciência e Engenharia de Matérias, Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Campus Universitário Lagoa Nova, CEP 59072-970, Natal, RN, Brasil

<sup>b</sup> Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Campus Universitário Lagoa Nova, CEP 59072-970, Natal, RN, Brasil

\*e-mail: anderson-js@live.com

### Resumo

Este trabalho relata o estudo e caracterização de diatomitas da região nordeste brasileira e seu clareamento mediante tratamentos térmicos e químicos. Este estudo tem como objetivo auxiliar a gerar um material diferenciado para a região nordeste, agregando valor a esta matéria prima abundante e barata. Tratamentos térmicos a 850°C com fundente, juntamente com tratamentos químicos com soluções ácidas, com e sem temperatura, foram testadas. O tratamento químico com temperatura demonstrou ser mais efetivo no clareamento das diatomitas os quais não alteram seu padrão morfológico e microestrutural.

**Palavras chave:** diatomitas, clareamento, sílica amorfa.

## 1. Introdução

A diatomita é uma rocha sedimentar não metálica constituída de acumulação de carapaças de algas diatomáceas microscópicas que se fossilizaram desde o período Pré-cambriano, encontradas principalmente em água doce. As diatomitas são formadas principalmente de sílica amorfa hidratada ( $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ou opalina e impurezas como quartzo, óxidos de ferro, alumínio, sódio potássio, cálcio, magnésio, titânio, matéria orgânica, entre outros. Dentre suas propriedades, as diatomitas apresentam baixa densidade aparente, são pulvulentas, possuem alta abrasividade, propriedades isolantes, apresentando no estado bruto cores variadas do branco ao cinza, de acordo com o teor de matéria orgânica e a quantidade de impurezas presentes.

As diatomitas são empregadas em diversos segmentos industriais, tendo seu maior emprego como filtrantes em sistemas de purificação de água e bebidas em geral<sup>1</sup>, refino de açúcar, filtração de produtos farmacêuticos, óleos, ceras, vernizes e produtos químicos<sup>2</sup>. Destacam-se também seu emprego como removedores de metais pesados em águas de resíduos industriais<sup>3</sup>, como adsorventes<sup>4</sup>, aditivos pozolânicos para cimento Portland<sup>5</sup>, agente de carga industrial ou enchimento na fabricação de tintas, papel e borrachas, como também agente de suporte adsorvente na fabricação de fertilizantes, inseticidas, herbicidas, pilhas elétricas e dinamites<sup>2</sup>.

Uma das características de grande importância, e que influencia na escolha da diatomita para seus inúmeros empregos, é a sua coloração. Relacionada com a quantidade de impurezas, variando de jazida para jazida, os óxidos de ferro conferem a coloração amarelada à diatomita. Se usadas como filtrantes, por exemplo, podem modificar o sabor dos alimentos<sup>1</sup>, se usadas como agentes de carga em tintas, podem alterar a sua coloração<sup>6</sup>. Quanto mais

pura a diatomita, maior o seu valor de mercado, fator que torna atrativo o seu estudo.

Desta forma, com o objetivo de agregar valor a este material abundante na região nordeste, este trabalho tem por objetivo a o estudo e caracterização do clareamento de diatomitas mediante tratamentos térmicos e químicos.

### 1.1. Experimental

A literatura mostra que empregando tratamentos térmicos em altas temperaturas, com a adição de um fundente ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ou  $\text{NaCl}$ ), na proporção de 3-8%, os óxidos de ferro entram em uma fase vítrea que é incolor e produz maior aglomeração da diatomitas<sup>7</sup>. Bem como a utilização de tratamentos químicos que podem lixiviar os óxidos presentes<sup>8</sup>.

As diatomitas utilizadas para o estudo são provenientes de uma jazida localizada no município de Rio do Fogo, RN, a qual foi denominada D3. Os diversos tratamentos são listados na Tabela 1. Ao final de cada tratamento, as amostras foram filtradas com água destilada até pH =7 e secas em estufa em 60°C por 12 horas.

### 1.2. Caracterizações

Para a caracterização das diatomitas empregou-se as técnicas de análise química, difração de Raios X e microscopia eletrônica de varredura. A análise química foi realizada em um equipamento Shimadzu, modelo EDX-720. As análises de DRX foram realizadas utilizando um aparelho RIGAKU modelo Miniflex II com filtro de níquel e radiação  $\text{Cu-}\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). A microscopia eletrônica de varredura foi realizada em um aparelho modelo ESEM-XL30, Philips, e as amostras revestidas com uma camada de ouro para evitar o surgimento de cargas na superfície que poderia levar a distorção na imagem.

**Tabela 1.** Tratamentos utilizados.

Abreviação	Descrição
TT1	Tratamento térmico a 850°C por 5 horas + Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (4,5% p/p)
TQX-Xh	Tratamento químico ácido em diferentes concentrações X (mol.L <sup>-1</sup> ) em diferentes tempos Xh.
TQTX-Xh	Tratamento químico e térmico (80°C) em diferentes concentrações X (mol.L <sup>-1</sup> ) em diferentes tempos Xh.

## 2. Resultados e Discussões

O percentual dos elementos presentes nas diatomitas D3 são indicados na Tabela 2. É observada a presença de impurezas de diversos elementos nos materiais. A presença de ferro é encontrada, mesmo em pouca quantidade, e que também pode ser observado pela coloração amarelada na diatomita (Figura 1b). A diatomita possui cerca de 21,54% de matéria orgânica, a qual é caracterizada pela perda ao fogo (PF).

O difratograma de raios X da diatomita de partida está indicado na Figura 2. Observa-se o caráter amorfo na amostra, representado pela larga reflexão em  $2\Theta = 15$  a  $30^\circ$ . A diatomita de partida também apresenta uma reflexão de baixa intensidade em  $2\Theta = 26,4^\circ$ , correspondente à fase de quartzo e os picos em reflexões de  $2\Theta = 21,8 - 28,3 - 31,33$  e  $36,13^\circ$ , correspondentes à cristobalita, um polimorfo do quartzo. O difratograma não apresenta reflexões características de materiais concorrentes como argilominerais, geralmente presentes com as diatomitas<sup>4,9</sup>.

Por meio da isoterma de adsorção de nitrogênio da amostra D3 na Figura 3, pode-se comprovar as propriedades texturais da amostra. Observa-se uma isoterma do tipo II característica de sólidos com pouca porosidade em escala macro e mesoporosa<sup>10</sup>. Os resultados de área específica,  $13 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$  calculados pela metodologia BET, também comprovam esta baixa porosidade.

Para estudar as características microestruturais da diatomita, as análises microscópicas e suas respectivas ampliações são indicadas na Figura 4. São observadas as características morfológicas aciculares e naviculares do material. Os esqueletos diatomáceos possuem poros microscópicos, canais, cavidades de baixa profundidade de diferentes tamanhos. As amostras possuem estruturas completas de diatomitas intactas e danificadas, maiores que  $10 \mu\text{m}$ , geradas principalmente pelo processo de moagem ao qual são submetidas e não indicam a presença de fases cristalinas de quartzo ou cristobalita.

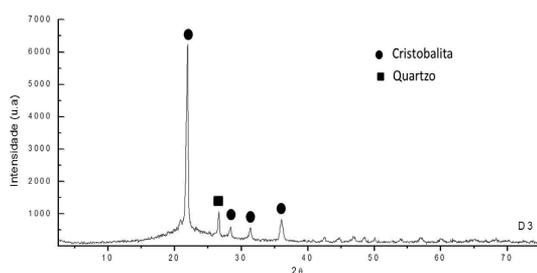
Os experimentos de clareamento foram iniciados com a menor concentração ácida e os menores tempos de lixiviação, sempre com o objetivo de minimizar os custos e o tempo. Conforme a realização dos experimentos, foi observada a coloração característica das diatomitas tratadas. O tratamento térmico a  $850^\circ\text{C}$  com fundente se demonstrou efetivo para o clareamento da diatomita, como observado na amostra (a) da Figura 1. Porém, os resultados do tratamento químico em conjunto com o tratamento térmico a  $80^\circ\text{C}$  são visivelmente melhores, e quanto maior a concentração ácida empregada, maior o clareamento, como comprovado nas imagens (j, k, l) da Figura 1.

**Tabela 2.** Análise química da diatomita D3.

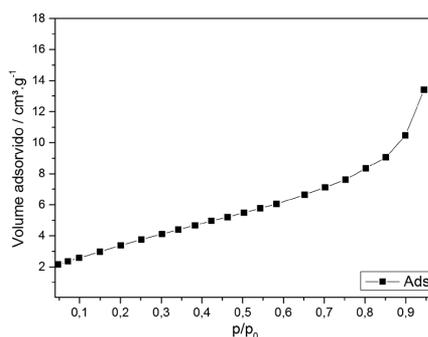
Óxidos	Porcentagem (%)
Si	71,58
Al	5,57
S	0,39
Ca	0,29
Fe	0,27
Ti	0,21
K	0,07
P	0,04
Zr	0,01
Mn	0,01
Vn	0,01
Cr	0,01
PF	21,54



**Figura 1.** Fotografia das amostras tratadas. (a) D3, (b) D3TT1, (c) D3TQ0,5-4h, (d) D3TQ0,5-8h, (e) D3TQ1-4h, (f) D3TQ1-16h, (g) D3TQ1-24h, (h) D3TQ4-16h, (i) D3TQ6-24h, (j) D3TQT6-4h, (k) D3TQT6-16h, (l) D3TQT6-24h.



**Figura 2.** Difratograma da diatomita de partida D3.



**Figura 3.** Isoterma de adsorção de nitrogênio da amostra D3.

O difratograma de raios X das amostras lixiviadas estão indicadas na Figura 5. Observa-se que não houve mudanças diante dos tratamentos, exceto para a diatomita D3TT1, submetida ao tratamento térmico a 850°C, onde uma branda diminuição das fases de cristobalita

é observada devido a diminuição das intensidades das reflexões características de sua fase.

A Figura 6 indica as micrografias das diatomitas lixiviadas D3TQ6-24h. Observa-se que mesmo após o tratamento químico, as carapaças permanecem com sua

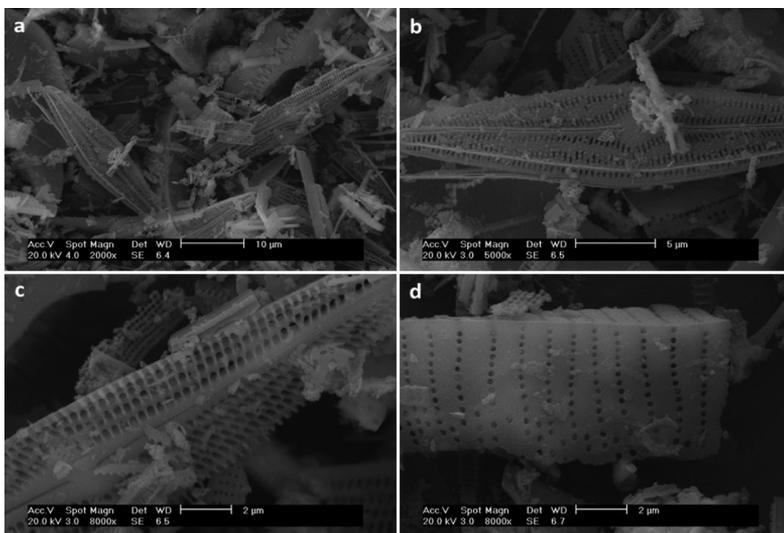


Figura 4. Micrografias da diatomita de partida D3 em magnificações de (a) 2000x, (b) 5000x, (c) e (d) 8000x.

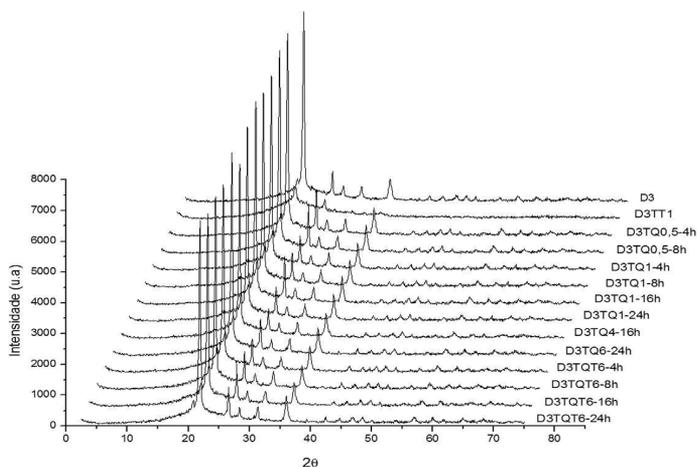


Figura 5. Difratoograma de raios X das diatomitas com diversos tratamentos.

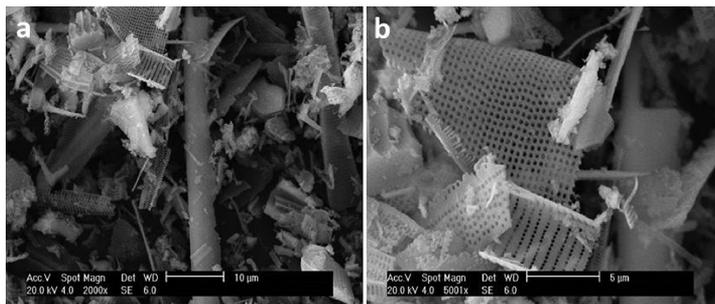


Figura 6. Microscopia eletrônica de varredura da diatomita lixiviada D3TQ6-24h em magnificações de (a) 2000x e (b) 5001x.

morfologia característica, indicando que o tratamento pode ser empregado na purificação e clareamento de diatomitas sem modificar sua microestrutura.

### 3. Conclusões

É possível obter o clareamento das diatomitas da região nordeste empregando os tratamentos estudados. Melhores resultados de purificação são atingidos quando se utiliza temperaturas de 80°C em conjunto com o tratamento químico ácido em concentrações de 6 mol.L<sup>-1</sup>. É observado visualmente o clareamento obtido pelas fotografias das amostras tratadas. Pelas caracterizações de difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura observa-se que as diatomitas neste tratamento não perdem suas características microestruturais após os tratamentos utilizados.

### Referências

1. FRANCA, S. C. A.; MILLQVIST, M. T.; LUZ, A. B. Beneficiation of Brazilian diatomite for the filtration application industry. *Minerals & Metallurgical Processing*, v. 20, n. 1, p. 42-47, 2003.
2. CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL - CETEM. Ministério da Ciência e Tecnologia. *Rochas & Minerais Industriais*. Rio de Janeiro, 2005. p. 399-411.
3. AL-QODAH, Z. Adsorption of dyes using shale oil ash. *Water Research*, v. 34, n. 17, p. 4295-4303, 2000. [http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00196-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00196-2).
4. ROSSETTO, E. et al. Caracterização de argilas bentonitas e diatomitas e sua aplicação como adsorventes. *Química Nova*, v. 32, n. 8, p. 2064-2067, 2009.
5. AYDIN, A. C.; GÜL, R. Influence of volcanic originated natural materials as additive on the setting time and some mechanical properties of concrete. *Construction & Building Materials*, v. 21, n. 6, p. 1277-1281, 2007. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2006.02.011>.
6. HOSSAM ELDEN GALAL MORSY MOHAMED BAKR. Diatomite: its characterization, modifications and applications. *Asian Journal of Materials Science*, v. 2, n. 3, p. 121-136, 2010.
7. EDIZ, N.; BENTLI, İ.; TATAR, İ. Improvement in filtration characteristics of diatomite by calcination. *International Journal of Mineral Processing*, v. 94, n. 3/4, p. 129-134, 2010. <http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2010.02.004>.
8. SAN, O.; GÖREN, R.; ÖZGÜR C. Purification of diatomite powder by acid leaching for use in fabrication of porous ceramics. *International Journal of Mineral Processing*, v. 93, p. 6-10, 2009.
9. SILVA, P. L. B. et al. Caracterização de diatomita de Rio do Fogo RN. *Holos*, v. 3, ano 25, p. 52-62, 2009.
10. KRUK, M.; JARONIEC, M. Gas adsorption characterization of ordered organic-inorganic nanocomposite materials. *Chemistry of Materials*, v. 13, n. 10, p. 3169-3183, 2001. <http://dx.doi.org/10.1021/cm0101069>.