

CARACTERIZAÇÃO DA PALYGORSKITA PROVENIENTE DE GUADALUPE/PI PARA UTILIZAÇÃO COMO REVESTIMENTO INTUMESCENTE

CARACTERIZATION OF PALYGORSKITE FROM GUADALUPE/PI FOR USE AS INTUMESCENT COATING

Giullia Bertrand Marçano

Aluna de Graduação em Química com Atribuições Tecnológicas
11º período, UFRJ
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: janeiro de 2019 a agosto de 2022
giubertrand99@gmail.com

Luiz Carlos Bertolino

Orientador, Geólogo, D.Sc.
lcbertolino@cetem.gov.br

RESUMO

Atualmente, casos de incêndio em construções civis ainda são muito preocupantes. Isso porque o aço perde suas propriedades estruturais quando submetidos a elevadas temperaturas, ocasionando muitas vezes destruições, desabamentos e mortes. Dessa forma, a utilização de revestimentos intumescentes nas construções se torna necessário. Devido a uma preocupação ambiental e ecológica, os argilominerais estão sendo estudados por serem atóxicos e naturais. Uma amostra de palygorskita foi beneficiada e caracterizada para, posteriormente, suas características como retardante de chamas serem testadas. Essa amostra apresentou uma baixa capacidade de troca catiônica, igual a 11 meq/100g, bem como a presença de quartzo e caulinita, de acordo com o teste de DRX, imagens obtidas pelo MEV e por seu espectro na região do infravermelho. A medida de carga superficial indicou a presença de um ponto isoelétrico em pH entre 5 e 6, sendo em pH menor que 5, sua superfície com cargas positivas e pH maior que 6, sua superfície negativa. Algumas características usuais não foram encontradas nos testes de caracterização.

Palavras-chave: Argilomineral, palygorskita, intumescente, caracterização.

ABSTRACT

Currently, fire cases are still very worrying. This is because it loses its properties when high temperature parts are selected, often causing destruction, collapse and death. Thus, the use of intumescent coatings in constructions becomes necessary. Due to an environmental and ecological concern, archers are being studied for being non-toxic and natural. A sample of gorskite was processed and for, later, its flame retardant characteristics will be tested. This sample has a low cation exchange capacity, equal to 11 meq/100g, as well as the presence of quartz and kaolinite, according to the XRD test, images by SEM and its spectrum in the infrared region. The surface charge measurement indicated the presence of an isoelectric point at pH between 5 and 6, with a pH lower than 5, its surface with positive charges and a pH higher than 6, its surface being negative. Some usual features were not all in the characterization tests.

Keywords: Clay mineral, palygorskite, intumescent, characterization.

1. INTRODUÇÃO

O aço estrutural, que possui utilização de elevada significância na construção civil, perde suas características de resistência em temperaturas excedentes de 500 °C. Dessa forma, retardadores de chamas intumescentes são convenientes visando a proteção desse material contra o fogo, já que são capazes de manter a integridade do aço em condições adversas, podendo salvar vidas e construções (BEHESHTI e HERIS, 2016).

Usualmente, esses revestimentos são compostos de três partes principais: uma fonte de carbono, um agente de expansão e uma fonte de ácido na qual são acrescidos de retardadores de chamas e aglutinantes. Após a exposição a elevadas temperaturas, o revestimento incha e forma uma camada de carvão espessa que funciona como uma barreira protetora contra as chamas e o calor (YAN et al., 2018).

Entretanto, a usual obtenção de materiais retardantes de chama incluem a utilização de substâncias tóxicas e poluentes, como derivados halogenados, formaldeído e metais potencialmente tóxicos. O apelo ambiental vem estimulando a procura por soluções sustentáveis, como os argilominerais. Estes, por sua vez, são naturais, biocompatíveis e atóxicos (OLIVEIRA, 2020).

2. OBJETIVOS

Caracterizar o argilomineral palygorskita proveniente da região de Guadalupe (PI) para futura aplicação como componente de revestimentos intumescentes.

3. METODOLOGIA

Uma amostra bruta de 1 kg de palygorskita, proveniente de Guadalupe-PI, foi submetida a moagem em moinho de barras a úmido por 10 minutos em uma rotação de 98 r.p.m. utilizando uma proporção de 1 parte de amostra para 2 partes de água. Em seguida, a amostra foi levada a classificação granulométrica utilizando peneiras de abertura iguais a 1680, 1180, 850, 600, 500, 300, 210, 150, 106, 75, 53, 44, 38, 20 µm.

As frações, separadamente, foram filtradas em filtro prensa a pressão de 7 bar, secas em estufa a 50 °C e desagregadas em moinho de bolas a velocidade de 350 r.p.m. por períodos de 1 minuto até que atingissem granulometria abaixo de 106 µm.

Visando a homogeneização e retirada de alíquotas significativas, o argilomineral foi quarteado em um quarteador rotativo da marca CDC modelo QRF-2 e uma das frações de 26,11 g foi quarteada novamente em um quarteador rotativo de finos Rotatory Micro Riffletr QuantaChrome. As frações obtidas foram levadas para a caracterização do material.

Foi feita uma análise de distribuição granulométrica a laser em equipamento Mastersize 2000, da marca Malvern, o qual está localizado no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Para isso, a amostra foi dispersa em água deionizada visando a desagregação das partículas e analisada.

A caracterização mineralógica foi realizada por Difractometria de Raios-X (DRX). Foi avaliada a capacidade de troca catiônica (CTC) pelo método padrão de titulação com azul de metileno para argilas (ASTM - C837 – 09). As análises por espectroscopia vibracional no infravermelho foram realizadas no espectrofotômetro com transformada de Fourier, marca Nicolet 6700 FT-IR, com registros de 4.000 a 400 cm⁻¹, resolução de 4 cm⁻¹, em pastilhas de KBr, no Laboratório de Instrumentos e Pesquisas do Instituto de Química da UFRJ (IQ-UFRJ). Além disso, foram obtidas as medidas de carga superficial (potencial Zeta) em Equipamento Zetasizer Nano ZS da Malvern no Laboratório da Coordenação de Processos Mineraiis (COPM) do CETEM. Para a realização das medidas foram preparadas soluções de 0,5 g da amostra em 10 mL de KCl 10⁻³ M (eletrólito). Os valores de pH foram ajustados utilizando soluções de KOH ou HCl, em uma faixa de 2,0 a 13,0 com auxílio de um titulador potenciométrico acoplado ao sistema para a

construção de cada curva. Para a construção da curva ácida foi utilizado HCl 0,5 e 0,1 M, bem como KOH 0,1 M. Já para a curva básica foi utilizado KOH 0,5 e 0,1 M e HCl 0,1 M. Por fim, foi utilizando um microscópio eletrônico de varredura, da marca HITACHI TM303 Plus com a finalidade de observar as características morfológicas da palygorskita.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Ao analisar a curva de distribuição granulométrica realizada, apresentada na Figura 1, foi possível inferir que cerca de 80 % da fração beneficiada possui tamanho de partícula abaixo de 20 μm . Esse é um resultado positivo, uma vez que a amostra foi desagregada e peneirada em peneira de abertura de 20 μm . Essa análise corrobora a eficiência do processo de separação e do beneficiamento para a retirada de impurezas que apresentam maiores granulometrias.

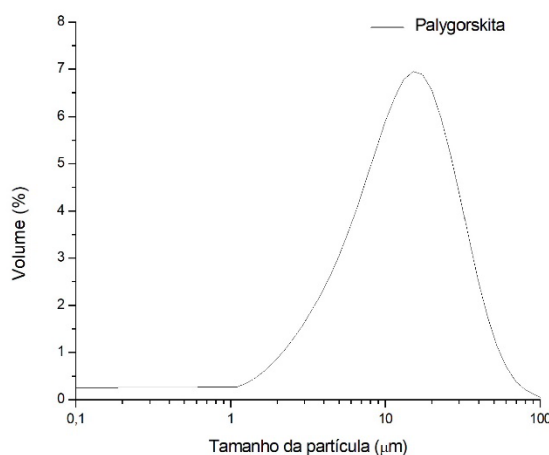


Figura 1: Gráfico de distribuição granulométrica.

A Figura 2 apresenta o difratograma obtido a partir da análise de DRX da fração menor que 20 μm . A partir dele, é possível identificar as fases mineralógicas que compõem a amostra. Essencialmente, esta é composta por palygorskita, caulinita, quartzo e diásporo.

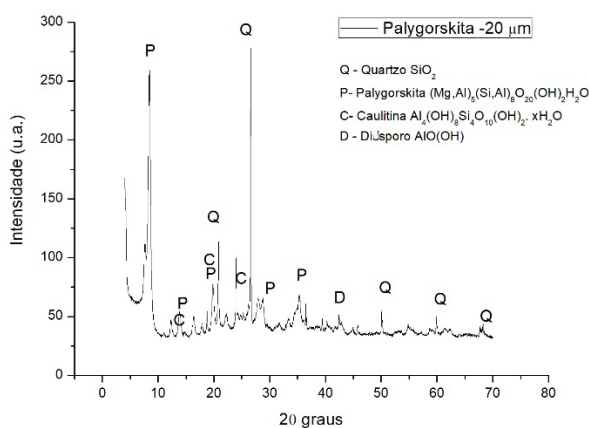


Figura 2: Difratograma de Raios X da palygorskita.

A análise de CTC mostrou que essa amostra possui um valor de 11 meq 100g^{-1} . Esse valor está bem abaixo da faixa prevista para esse argilomineral (LUZ e ALMEIDA, 2008). Dessa forma, não é uma amostra a qual é esperada eficiência adsorptiva, porém outras funcionalidades podem ser exploradas.

Quanto a análise de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier da amostra, é possível destacar regiões de absorção importantes como a banda na região de 3617 cm^{-1} que pode ser atribuída ao estiramento de grupo OH e é característico da palygorskita. Além de banda na região 3.547 cm^{-1} , atribuída à presença de água de coordenação nos canais do argilomineral. Outras bandas importantes de se destacar são as na região de $1031, 911, 512$ e 486 cm^{-1} que são atribuídas as vibrações das ligações Si-O-Si, além da banda em 691 cm^{-1} que é atribuída a ligação Mg-OH. Como corroborado pelo DRX da amostra, há a presença de quartzo como impureza. A presença das bandas em 795 e 778 cm^{-1} são características dessa impureza. É importante ressaltar que esse espectro não apresentou nenhuma banda na região de 3.699 cm^{-1} , mesmo sendo uma banda importante atribuída a ligação Mg-OH da palygorskita (SUÁREZ, GÁRCIA-ROMERO, 2006).

A Figura 3 demonstra o gráfico da obtenção das medidas da carga superficial em razão do pH da amostra. A partir dele é possível observar que apresenta baixas cargas positivas até o pH entre 5 e 6. A partir dele, é essencialmente negativa. A existência de um ponto isoelétrico, isso é, onde o potencial Zeta é nulo, ocorre devido a adição do ácido que tende a neutralizar a carga negativa da superfície. Portanto, era esperado a tendência positiva para pH mais baixo. Essa análise explica a medida de CTC abaixo do esperado, considerando que é uma análise feita em pH aproximado de 3 (GIESE, 2019). Isso porque, neste pH não é esperada eficiência em aplicação de adsorção de espécies catiônicas.

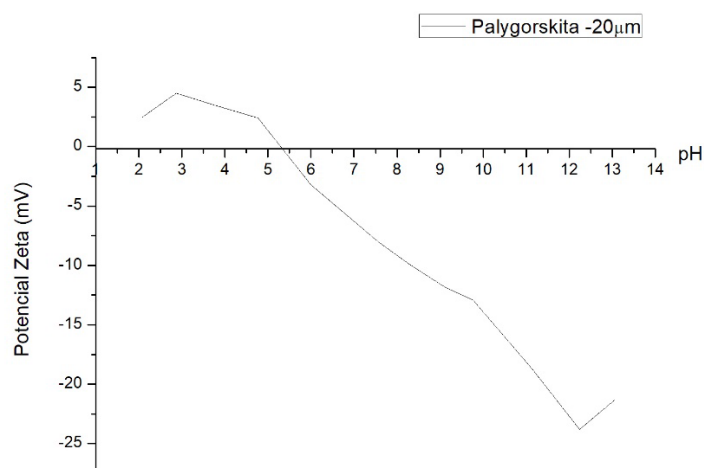


Figura 3: Gráfico da medida de carga superficial para a palygorskita.

A amostra foi analisada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) e as imagens obtidas estão apresentadas na Figura 4. É possível observar grãos maiores aglomerados em uma estrutura fibrosa característico do quartzo, que já era esperado de acordo com os testes de DRX e da espectroscopia no infravermelho. Além disso, é possível observar a estrutura fibrosa, característica da palygorskita, em formato tipo agulha de comprimentos variáveis. A presença dessas duas estruturas já era esperada de acordo com os resultados do DRX obtidos. Além disso, observa-se que a estrutura do material não foi alterada pelo processo de beneficiamento.

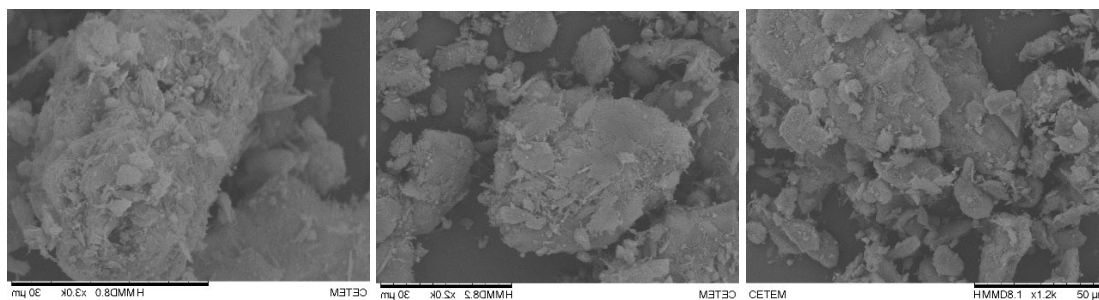


Figura 4: Imagens obtidas por MEV da palygorskita.

5. CONCLUSÕES

É possível concluir que a palygorskita utilizada nesse trabalho possui algumas características distantes das usuais. Dentre elas a capacidade de troca catiônica fora da faixa esperada e a ausência de bandas significativas e importantes no espectro de infravermelho. O beneficiamento realizado foi eficiente, visto que há baixa presença de impurezas no material analisado. Novos testes devem ser realizados para avaliar êxito em uma possível aplicação como componente de revestimentos intumescentes.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador Luiz Carlos Bertolino por me ensinar desde o início da graduação. Agradeço também à professora Fernanda Arruda Nogueira e a Karla Arguelles Simões por estarem sempre presentes na minha vida acadêmica. Um agradecimento especial à Gabriela Peixoto e à Prof^a Simone Ribeiro pelo convite para trabalhar no projeto. Sou grata também aos funcionários e técnicos do CETEM por estarem sempre dispostos a nos ensinar e auxiliar. Agradecimentos também ao SCT (CETEM) e DQI/IQ-UFRJ pela infraestrutura para realização de todas as análises químicas e mineralógicas, assim como ao CNPq pela bolsa de iniciação científica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BEHESHTI, A.; HERIS, S.Zi. O MWCNT é um Bom Candidato Sinérgico no Revestimento Intumescente APP-PER-MEL para Estrutura Metálica?. *Progress in Organic Coatings*, v. 90, p. 252-257, 2016.

LUZ, A.B. DA; ALMEIDA; S.L.M DE. CAPÍTULO 9: Argila/ Atapulgita E Sepiolita Rochas e Minerais Industriais, Usos E Especificações. Editores: Adão B. Luz E Fernando F. Lind, 1 Edição, Rio De Janeiro, P. 201, 2008.

NASCIMENTO, L. C. S., Fundamentos de Sorção de Neodímio em Palygorskita: Aspectos termodinâmicos e Cinéticos. 2019. Dissertação (Mestrado). Programa de pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos do departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro (Brasil).

OLIVEIRA, C. R. S.. Acabamento Retardante de Chamas em Tecido de Algodão a Partir da Incorporação de um Compósito Nano-híbrido Caulinita-TiO₂ Via Processo Solvotermal. 2020. Tese (Doutorado) Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos-Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis (Brasil).

SUÁREZ, M.; GÁRCIA-ROMERO, E. FTIR Spectroscopic Study of Palygorskite: Influence of the Composition of the Octahedral Sheet. *Applied Clay Science*, v. 31, p.154-163, 2006

YAN, L.; XU, Z.; WANG, X.. Efeitos Sinérgicos da Montmorilonita Modificada Organicamente nas Propriedades Retardantes de Chama e de Supressão de Fumaça de Revestimentos Retardantes de Fogo Intumescentes Transparentes. *Progress in Organic Coatings*, v. 122, p. 107-118, 2018.