

Bentonitas españolas modificadas por tratamientos ácidos y térmicos ()*

Por C. PESQUERA, I. BENITO, C. BLANCO, F. GONZÁLEZ
S. MENDIOROZ, T. GONZÁLEZ AYUSO y J. A. PAJARES

*Departamento de Química, Universidad de Santander
Instituto de Catálisis y Petroleoquímica, CSIC, Serrano, 119. Madrid*

Abstract

Three Spanish montmorillonites —two (SER, TRA) from Almería and one (ASL) from Toledo, characterized in a previous work— have been submitted to a series of treatments with HCl of different concentration (1-8 N). Several techniques —nitrogen adsorption, XR diffraction, infrared spectroscopy, etc.— have been used to follow the evolution of the structure and texture of the treated materials. The nitrogen isotherms present a hysteresis loop that changes from a H3 (slit-like) to a H2 type for materials submitted to acid concentrations between 1-4 N. The specific surfaces, S_{BET} , present a maximum, with values higher than 450 m²/g, for acid treatments between 3-5 N. XR and IR spectra give information on the easier attack of the octahedric alumina sheet. The treated materials maintain the surface areas obtained from the acid treatments when submitted to thermal treatments in air, up to 500 °C, four hours.

Tres bentonitas naturales españolas —dos, «Serrata» y «Trancos», de la provincia de Almería, comercializadas por «Minas de Gador, S. A.», y una, «Asland», de Toledo, con ~20 por 100 de feldespato/sepiolita— caracterizadas en un trabajo anterior [1, 2], de interés potencial como adsorbentes y soportes catalíticos, fueron sometidas a una serie sistemática de tratamientos ácidos y térmicos, hasta 500 °C, aplicándose distintas técnicas experimentales al estudio de la evolución de la estructura y textura de los materiales modificados.

Los tratamientos ácidos se llevaron a cabo por ebullición a reflujo, durante una hora, sobre muestras de 50 g de bentonita en suspensión en 500 cm³ de solución acuosa de HCl a la concentración deseada (1-8 N). El precipitado se dejó sentar durante un par de días y se lavó hasta la eliminación total de cloruros. Los tratamientos térmicos se realizaron en corriente de aire (350 cm³/min), subiendo la temperatura por programación lineal a 10 °C/min y manteniendo la muestra a la temperatura deseada durante cuatro horas.

Isotermas completas de adsorción-desorción de nitrógeno a 77 K fueron determinadas indistintamente en un aparato volumétrico convencional y en un aparato Micromeritics 2100 D. La temperatura de desgasificación previa se mantuvo a 140 °C para la totalidad de las muestras. Los materiales modificados presentan histéresis del tipo H3 [3], características de una textura de poros en forma de placas paralelas, que cambia al tipo H2 para los materiales tratados a concentraciones ácidas 4 N y superiores. El punto de

(*) Presentada en la sesión científica del 11 de abril de 1984.

cierre del ciclo de histéresis viene a estar próximo a una $P/P_0 = 0,5$ para los materiales naturales, tendiendo a bajar con el tratamiento ácido hasta valores de $P/P_0 = 0,4$ y ligeramente inferiores. Resultados para la superficie específica, S_{BET} , se recogen en la Tabla I.

TABLA I. Superficie específica (m^2/g) de bentonitas tratadas.

Muestra	Mat. partida	Tratamiento ácido						
		1 N	2 N	3 N	4 N	5 N	6 N	8 N
Serrata	61	154	236	327	416	397	352	345
Trancos	68	193	260	290	355	450	331	291
Asland	84	372	467	452	407	—	—	316

El ataque es tanto más fácil cuanto mayor es el contenido en cationes de cambio de las muestras produciéndose con él la separación progresiva de las capas de silicatos y consecuentemente aumentando la superficie específica en el orden $\text{ASL} > \text{SER} > \text{TRA}$ hasta el máximo para tratamientos con ácido 2 N, 4 N y 5 N, respectivamente. La preparación de materiales con superficies específicas $S_{\text{BET}} > 400 \text{ m}^2/\text{g}$ no es difícil, sin necesidad de mantener unas condiciones de tratamiento ácido demasiado críticas. Los difractogramas RX, realizados sobre las muestras tratadas, permitieron seguir la evolución de la estructura del mineral, que se mantiene como montmorillonita hasta tratamientos ácidos ≤ 4 N. Para los tratamientos más fuertes (8 N) el material es prácticamente sílice libre. Los espectros IR indican la progresiva eliminación de impurezas (carbonatos), la mayor facilidad de ataque de la capa octaédrica (que comienza a desaparecer a partir de los tratamientos con soluciones menos concentradas de ácido) y la destrucción total del esqueleto octaédrico cuando la concentración de ácido es igual o superior a 5 N.

Datos sobre la evolución con el tratamiento térmico en aire, hasta $500 \text{ }^\circ\text{C}$, de la superficie específica de las bentonitas naturales y de algunos de los materiales modificados por tratamiento ácido (Serrata-3 N y Serrata-4 N) se recogen en la Tabla II. Todos los materiales mantienen bien el área superficial de partida, las pequeñas diferencias pudiendo explicarse más bien por heterogeneidad en las distintas muestras, atribuibles especialmente a diferencias

TABLA II. Superficie específica (m^2/g) de bentonitas tratadas en aire

Muestra	Tratamiento térmico, $^\circ\text{C}$					
	Ambiente	100	200	300	400	500
Asland	84	92	70	98	61	51
Trancos	68	78	70	78	81	68
Serrata	61	60	64	72	75	71
Serrata-3 N	327	304	319	305	311	293
Serrata-4 N	416	415	413	393	384	387

en su contenido en agua. Esta buena estabilidad térmica era previsible a partir de los análisis termogravimétricos correspondientes, puesto que salvo el agua adsorbida superficial, pérdida a $T \leq 150$ °C, sólo acusan un cambio continuo en el contenido en OH^- en el intervalo térmico 150-500 °C. Únicamente la superficie específica de la bentonita Asland presenta una cierta disminución para tratamientos térmicos por encima de 300 °C probablemente debido a la influencia de su contenido en sepiolita, que a estas temperaturas se pliega por conversión en su forma anhidra.

REFERENCIAS

- [1] GONZÁLEZ AYUSO, T.: «Tesis de licenciatura», Universidad Complutense, Madrid, 1981.
- [2] GONZÁLEZ AYUSO, T.; MENDIOROZ, S., y PAJARES, J. A.: *Rev. Real Acad. Ciencias Exact. Fís. Nat.*, 77, 797 (1983).
- [3] SING, K. S. W.: *Pure Appl. Chem.*, 54, 2201, 1982.