



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0608600-4 A2**



* B R P I 0 6 0 8 6 0 0 A 2 *

(22) Data de Depósito: 12/05/2006
(43) **Data da Publicação: 19/01/2010**
(RPI 2037)

(51) Int.Cl.:
C11D 3/12 (2010.01)
C11D 7/14 (2010.01)
C11D 11/00 (2010.01)
C01B 33/40 (2010.01)

(54) Título: **GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE E O PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DOS MESMOS**

(30) Prioridade Unionista: 12/05/2005 DE 10 2005 022 075.4

(73) Titular(es): SÜD-CHEMIE AG

(72) Inventor(es): ANDREAS WERNER, OLIVIER MORTAIGNE, ULRICH SOHLING

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006004489 de 12/05/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/120011 de 16/11/2006

(57) Resumo: GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE E O PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DOS MESMOS. A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, assim como a um granulado de bentonita obtido com o processo. No caso da preparação do granulado de bentonita, de preferência, parte-se de uma bentonita superativada, que está superativada com pelo menos 110% de sua capacidade de troca catiônica com Ions de metal alcalino. Essa é, de preferência, granulada com uma solução de vidro solúvel, que apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de 3,2, sendo que x é escolhido a partir de sódio e potássio.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE**".

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, assim como a
5 granulados de bentonita, que podem ser obtidos com esse processo.

Nas formulações de detergentes, são empregadas bentonitas para a geração de um efeito de toque macio incorporado. Essas bentonitas apresentam, especialmente no estado ativado como bentonita de sódio, um elevado poder de intumescimento. Quando da aplicação, contudo, surgem
10 dificuldades, uma vez que, sobre a superfície da partícula de bentonita forma-se rapidamente uma camada de gel, quando do contato com água, a qual impede o acesso adicional de água. Depois de uma rápida formação inicial da camada de gel, retarda-se, portanto, a dissolução dos granulados de bentonita na água, já que o núcleo das partículas permanece estável du-
15 rante tempo mais longo e é intumescido apenas muito lentamente pela água que penetra e, com isso, se dissolve. Finalmente, isto conduz ao fato de que uma fração considerável do granulado de bentonita é descarregada com o líquido de lavagem ou que partículas de bentonita maiores permanecem sobre as fibras dos materiais lavados. Em ambos os casos, portanto, quedam
20 perdas consideráveis frações da bentonita empregada e podem não contribuir para o efeito de toque macio.

Bentonitas altamente intumescentes também podem ser potencialmente empregadas em tabletes de detergente, onde elas podem atuar adicionalmente como agente de explosão de tabletes. Entretanto, então, isto
25 é somente possível se a dissolução das partículas de bentonita ocorrer de maneira rápida. No caso de tabletes de detergente, em comparação aos detergentes em pó normais, são impostas exigências ainda mais elevadas para a dissolução, a fim de se garantir que nenhuma partícula mais grosseira permaneçam sobre as roupas lavadas. Aqui, portanto, é especialmente im-
30 portante que os tabletes de detergente se dissolvam no licor de lavagem o mais rapidamente possível.

Na patente europeia de número 1 102 729 B1, tenta-se solucio-

nar o problema de uma dissolução deficiente dos granulados de bentonita por meio do fato de que a capacidade de intumescimento dos granulados de bentonita é diminuída, sem que, por meio disso, a dissolução da bentonita nas camadas individuais seja perturbada, de modo que a bentonita presente no líquido de lavagem esteja à disposição, em extensão considerável, para a formação de um efeito de toque macio. Nesse caso, é seca uma bentonita com um teor de montmorilonita de pelo menos 85% em peso, primeiramente para um teor de umidade de 25 até 35% em peso. A bentonita seca é, a seguir, cominuída e processada por adição de água para formar uma pasta extrudável, a qual apresenta um teor de umidade de 25 até 40% em peso. A pasta é, então, extrudada e o extrudado é seco para um teor de umidade de 10 até 14% em peso. Depois da secagem, os extrudados são calcinados a 120 até 250°C, até que eles, a 190°C, apresentem uma perda por recozimento de menos do que 4%. A seguir, os extrudados de bentonita são novamente cominuídos. Para a preparação dessa bentonita com uma baixa capacidade de intumescimento, já é utilizada, como um material de partida, uma bentonita, que, também depois de ativação com íons sódio, quando do contato com água, se intumescce somente em escala proporcionalmente pequena ou exhibe somente uma pequena tendência para a formação de um gel.

Na patente norte-americana de número 4.746.445, são descritos aglomerados de bentonita, que são preparados atomizando-se bentonita finamente dividida com silicato de sódio como aglutinante. Os aglomerados contêm 1 até 5% de aglutinante. Embora eles apresentem uma outra densidade aparente, os aglomerados não se separam, depois de uma incorporação no pó de detergente, dos outros componentes do detergente, uma vez que eles possuem uma superfície irregular. Os aglomerados apresentam uma elevada estabilidade, de modo que eles não se dissolvem nas outras etapas de produção da preparação de detergente. No entanto, eles se liberam facilmente quando do contato com a água. Para a preparação dos aglomerados de bentonita é utilizada uma argila, que apresenta grandes frações em montmorilonita. Ela pode ser obtida a partir de fontes naturais, por

exemplo, uma bentonita do Wyoming ou do oeste. Entretanto, pode ser utilizada também uma bentonita de cálcio, que foi ativada com compostos alcalinos, tal como carbonato de sódio. O teor em Na_2O dos aglomerados deve importar em pelo menos 0,5%, de preferência, em pelo menos 1%, especialmente de preferência, em pelo menos 2%. Para a aglutinação dos aglomerados de bentonita, é utilizado um vidro solúvel com um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:1,6 até 1:3,2, de preferência, de 1:2 até 1:2,8 ou 1:3,0. Os aglomerados de bentonita são preparados atomizando-se uma solução aquosa do aglutinante sobre bentonita finamente dividida, enquanto esta é movimentada. Nos exemplos, como aglutinante, é utilizada uma solução de vidro solúvel com um teor de sólidos de 7% e um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de cerca de 1:2,4. Além disso, é descrito que, no caso da utilização de soluções de vidro solúvel com um outro módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$, que seja mantido dentro de uma faixa de 1:2 até 1:3, pode ser conseguida uma boa aglomeração, sendo que são obtidos aglomerados não poeirentos.

Aglomerados de bentonita semelhantes são descritos nas patentes norte-americanas de números 4.767.546, 4.851.137 e 4.488.972, sendo que os exemplos, em cada caso, são escolhidos de maneira idêntica. Os aglomerados de bentonita contêm 1 até 5% de silicato de sódio como aglutinante. Para a preparação dos aglomerados, é utilizada, em cada caso, uma solução de vidro solúvel com um teor em sólidos de 2 até 4% em peso e um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:2 até 1:3. O teor em óxido de sódio na bentonita pode ser escolhido na faixa de 0,5 até 10% em peso. Dados precisos, contudo, não são mencionados nos exemplos. Aqui, são utilizadas, em cada caso, bentonitas de sódio obteníveis comercialmente. Faltam, porém, indicações precisas com relação ao grau de ativação.

Na patente alemã de número 33 11 568 C2, é descrito um detergente grosseiro em forma de partículas e amaciante para tecidos, que, entre outros, contém bentonita de sódio. A bentonita de sódio está presente como aglomerado de partículas pequenas da bentonita de sódio moída, das quais o cascalho acompanhante tenha sido removido depois da moagem e antes da aglomeração. Os aglomerados de bentonita estão revestidos ou parcial-

mente revestidos com um silicato, a fim de se evitar que os aglomerados de bentonita adiram em superfícies. A aglomeração da bentonita ocorre sob adição de solução de silicato de sódio diluída. No exemplo, são descritas partículas de bentonita, que consistem em 82,3 partes em peso de bentonita livre de água, 16,1 partes em peso de água, 1,5 partes em peso de silicato de sódio e 0,06 partes em peso de um corante azul, que é aplicado sobre a superfície das partículas. Como bentonita, é utilizada uma bentonita tratada com carbonato de sódio, que, depois do tratamento com carbonato de sódio, seja liberada se suas frações de cascalho por centrifugação.

Na patente norte-americana de número 4.699.729, é descrito um processo para a preparação de uma composição de detergente, que contém uma pequena fração em pó de bentonita finamente dividida. A bentonita é aglomerada sobre a superfície de um granulado em forma de partículas. Como aglutinante, é utilizada uma solução de silicato de sódio, que apresenta um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:2,4. Em geral, podem ser utilizadas soluções de silicato de sódio com um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:1,6 até 1:3,2, de preferência, de 1:2 até 1:3, especialmente de preferência, de 1:2,35 ou 1:2,4.

Como bentonita, é utilizada, de preferência, bentonita de sódio, sendo que pode ser empregada tanto uma bentonita de sódio natural, como também uma bentonita de cálcio ativada com Na_2CO_3 . Tipicamente, a bentonita apresenta um teor em Na_2O de 0,8 até 2,8%.

Na patente norte-americana de número, são descritos aglomerados de bentonita e sulfato de sódio, que conferem aos tecidos um efeito de toque macio. Os aglomerados são preparados, aglomerando-se a bentonita finamente dividida e o sulfato de sódio, com auxílio de um aglutinante. No caso mais simples, pode ser utilizada umidade para isso. Contudo, é também possível empregar silicato de sódio como aglutinante orgânico, sendo que, entretanto, não estão indicados valores mais precisos com relação à quantidade e ao módulo. Como bentonita, de preferência, são utilizadas bentonitas de sódio naturais. Também podem ser utilizadas bentonitas de cálcio, que foram ativadas com carbonato de sódio. No Exemplo 1, é preparado um

aglomerado a partir de bentonita de sódio finamente dividida e de sulfato de sódio, sendo que, como aglutinante, utiliza-se água. Se os aglomerados obtidos forem comparados, em suas propriedades de amaciante com aglomerados, que tenham sido obtidos por aglomeração da mesma bentonita com
5 solução de silicato de sódio diluída, assim, os aglomerados descritos primeiramente apresentam propriedades essencialmente melhores.

Na patente alemã de número 39 42 066 A1, é descrito um processo para a preparação de um aditivo de detergente granular, que atua de maneira avivante. O aditivo de detergente contém (A) 30 até 90% em peso
10 de um silicato lamelar, (B) 1 até 40% em peso de zeólita NaA finamente cristalina, sintética, (C) 0 até 30% em peso de sais solúveis em água a partir da classe dos sulfatos, carbonatos, silicatos e fosfatos do sódio ou do potássio, assim como (D) o restante para 100% em peso de água. De preferência, componentes do grupo (C) são sulfato de sódio e carbonato de sódio, ambos
15 os quais são empregados como sais livres de água, isoladamente ou em mistura. Os componentes são misturados à seco, então, misturados com um componente aquoso, que contém uma fração da zeólita. A formação de granulado ocorre, portanto, sem adição de vidro solúvel.

Na patente alemã de número 34 19 571, é descrita uma mistura
20 de amaciamento de tecidos utilizável como aditivo para um detergente em forma de partículas. A mistura de amaciamento contém partículas de amaciamento discretas, que contém pelo menos cerca de 75% em peso de uma argila do tipo esmectita e menos do que cerca de 5% em peso de substâncias ativas de lavagem do grupo dos tensoativos aniônicos, não iônicos, anfóliticos e zwitteriônicos. As partículas de amaciamento são preparadas atomizando-se a argila de esmectita com uma solução, que contém um composto de amônio quaternário. Uma vez que não ocorre qualquer reação de
25 troca com a argila, tanto quanto o composto de amônio esteja meramente adsorvido na superfície da argila, a quantidade de composto de amônio pode ser nitidamente reduzida. Como argilas, são empregadas, de preferência,
30 bentonitas de sódio. No entanto, podem ser empregadas também bentonitas de cálcio, que foram ativadas pelo tratamento com carbonato de sódio. As

partículas de amaciamento podem conter, opcionalmente, além da argila do tipo de esmectita, substâncias que amaciam o tecido desejado ou que não influenciam a lavagem de maneira desvantajosa, sendo que exemplos para materiais adequados são aglutinantes ou agentes de aglomeração, por exemplo, silicato de sódio. Um silicato de sódio adequado apresenta um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de, por exemplo, 1:2,4.

Na patente europeia de número 0 387 426 A2, é descrito um aditivo de detergente para a geração de um efeito de toque macio, que contém uma hectorita natural de determinada composição. A aglomeração da hectorita é realizada no Exemplo 1, com água como agente de aglomeração. Os aglomerados úmidos são secos e peneirados para o tamanho de partícula desejado.

Na patente alemã de número 42 43 389 A1, é descrito um processo para a preparação de agentes de sorção, que são utilizados, por exemplo, como cama de animais. Para isso, é homogenizada uma bentonita fracamente intumescível, de preferência, uma bentonita de cálcio, com um teor em montmorilonita de cerca de 40 até 65% em peso, com um composto de metal alcalino que reage de maneira básica, por amassamento íntimo, e convertida em uma bentonita capaz de intumescer por meio de troca iônica. O composto de metal alcalino, de preferência, o composto de sódio correspondente, é empregado em uma quantidade de 0,1 até 1,5% em peso, de preferência, de 0,25 até 1,5% em peso, com relação à bentonita bruta seca. Nos Exemplos, é utilizado como composto de metal alcalino, entre outros, uma solução de vidro solúvel. As quantidades adicionadas correspondem a um teor em Na_2O de 0,5%, 1,0% e 1,5%. No caso desse processo, contudo, não é ativada primeiramente a bentonita bruta de cálcio com um composto de metal alcalino e, a seguir, a bentonita ativada é granulada.

A aplicação de vidro solúvel como aglutinante para a preparação de aglomerados de bentonita, tais como eles são usuais em aditivos de detergentes, já é conhecida desde muito tempo. Usualmente, são empregados, nesse caso, vidros solúveis com um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de cerca de 2,4. Os vidros solúveis têm que ser fortemente alcalinos, a fim de impedir que

ocorra uma polimerização prematura do vidro solúvel. Isso conduziria a um enrijecimento dos granulados e, com isso, a uma dissolução rápida no líquido de lavagem. Os granulados de bentonita são ulteriormente processados para formar composições de detergente, para o que os granulados de bentonita, depois da preparação, têm que ser primeiramente empacotados e, então, por exemplo, transportados para os produtores de detergentes. Nesse caso, afasta-se os trabalhadores do contato com os granulados de bentonita ou do pó que se desenvolve a partir delas. Por causa das propriedades fortemente alcalinas do vidro solúvel, especialmente se eles forem empregados em maiores quantidades, o granulado de bentonita atua de maneira irritante, isto é, no caso do manejo dos granulados de bentonita, têm que ser tomadas as correspondentes precauções de segurança.

A invenção tem por base, agora, a tarefa de se colocar à disposição um processo para a preparação de granulados de bentonita, com o qual são obtidos granulados de bentonita, que sejam manejáveis sem maiores precauções de segurança. Os granulados devem poder ser armazenados durante tempo mais longo e exibirem uma dissolução rápida no licor de lavagem.

A tarefa é solucionada com um processo com a característica da reivindicação 1. Concretizações adicionais vantajosas do processo são objeto das reivindicações dependentes.

De maneira surpreendente, constatou-se que, no caso da utilização de bentonita, super-ativada com íons de metal alcalino, podem ser obtidos granulados que exibem uma dissolução muito rápida em água. A bentonita introduzida na água ou em um licor de lavagem pode, portanto, se dissolver completamente, em intervalos de tempo tais como estão à disposição no decorrer de um ciclo de lavagem normal em uma máquina de lavar, e, por conseguinte, está completamente disposição à para a geração de um bom efeito de toque macio, no caso da aplicação sobre tecidos. A perda pela descarga de partículas de bentonita não dissolvidas com a água de lavagem podem ser minimizadas e não permanecem quaisquer resíduos de aglomerados de bentonita grosseiros sobre os tecidos lavados.

As melhores propriedades de intumescimento de bentonitas em água são alcançadas em si com bentonita ativada com íons de metal alcalino de maneira estequiométrica. Se for adicionalmente aumentada a quantidade de álcali utilizada para a ativação da bentonita, diminui o volume de intumescimento em contrapartida. Portanto, espera-se, em si, as melhores propriedades de intumescimento e, com isso, uma rápida dissolução do granulado quando da utilização de uma bentonita ativada estequiometricamente. De maneira surpreendente, mostrou-se, contudo, que, no caso da granulação com vidro solúvel, os granulados, que contêm uma bentonita ativada com íons de metais alcalinos de maneira super-estequiométrica, exibem uma rápida dissolução, do que os granulados que foram preparados a partir de uma bentonita ativada estequiometricamente.

Sem que se queira estar ligado a essa teoria, os inventores assumem que a incorporação de íons mais além da quantidade necessária para a ativação conduz a uma blindagem eletrostática das cargas negativas das plaquetas de bentonita.

No caso da preparação dos granulados de bentonita, que se dissolvem rapidamente, procede-se de maneira tal que

é preparada uma bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, a qual é super-ativada com íons de metal alcalino com pelo menos 110% de sua capacidade de troca de cátions com; e

a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é granulada com uma solução de vidro solúvel.

Sob uma bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, entende-se uma bentonita, que foi reagida com uma quantidade maior de um composto de metal alcalino, por exemplo, soda ou oxalato de potássio, do que esta corresponda a sua capacidade de troca de cátions. A capacidade de troca de cátions é determinada em material de partida, portanto, na bentonita não ativada, trocando-se os cátions permutáveis primeiramente em face de íons amônio e, a seguir, o teor em nitrogênio da bentonita lavada e seca é determinado por análise elementar. A partir das quantidades encontradas de cátions permutáveis, pode ser calculada, então, a quantidade a ser

utilizada de compostos de metal alcalino. O excesso molar da quantidade de íons de metal alcalino empregada importa, nesse caso, em pelo menos 110%, de preferência, em pelo menos 120%, especialmente de preferência, em pelo menos 140%, com relação à capacidade de troca de cátions da bentonita. De preferência, escolhe-se o excesso na faixa de 140% até 200%, especialmente de preferência, na faixa de 150% até 180% da capacidade de troca de cátions.

A ativação da bentonita utilizada como material de partida ocorre de maneira em si conhecida. A bentonita úmida, que apresenta, usualmente, um teor em água de 20 até 40% em peso, é amassada com um composto de metal alcalino adequado, por exemplo, soda ou oxalato de potássio, e, a seguir, é seca. A bentonita obtida, super-ativada com íons de metal alcalino, eventualmente, pode ser novamente moída. Usualmente, a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino apresenta, antes da granulação, um resíduo de peneiração à seco, sobre uma peneira com uma largura de malha de 75 μm , de preferência, de menos do que 15% da quantidade pesada.

Além do processo de ativação descrito, podem ser utilizados também outros processos usuais. Por exemplo, a ativação pode também ocorrer formando-se, primeiramente, uma lama em água da bentonita utilizada como material de partida, e a ativação, então, ocorre por adição de um composto de metal alcalino sólido ou dissolvido em água. A concentração dos componentes de reação é escolhida de maneira tal que seja obtida uma bentonita ativada com íons de metal alcalino, que apresente a super-ativação necessária.

Para a granulação da bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, utiliza-se, de preferência, uma solução de vidro solúvel, que apresente um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,2. De preferência, a solução de vidro solúvel apresenta um módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,3, especialmente de preferência, um módulo na faixa de 3,3 até 4,0. No caso da preparação do granulado, portanto, pode ser utilizado, de maneira vantajosa, um vidro solúvel, que apresenta um módulo mais elevado de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$, do que apresentam os vidros solúveis utilizados usualmente. Isso

significa que o teor em álcali do vidro solúvel, e, com isso, também do granulado de bentonita, em comparação aos granulados de bentonita até agora disponíveis podem ser nitidamente baixados. No caso da utilização de um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,2, diminui-se a
5 ação irritante dos granulados de maneira nítida, por meio do quê pode-se manejar e transportar os granulados de maneira mais simples. Por exemplo, os granulados têm que ser classificados não mais como "irritantes". Além da solução de vidro solúvel acima descrita, pode ser utilizada uma solução de vidro solúvel de potássio ou uma solução de vidro solúvel de sódio / potássio
10 que atuem da mesma maneira, que apresentem o módulo indicado acima. O módulo aqui se refere ao óxido de potássio ou à mistura de óxido de potássio e óxido de sódio, contudo, apresenta a faixa de valores mencionada acima.

De preferência, no caso da granulação, é empregada uma solução de vidro solúvel, que apresente um teor em sólidos de pelo menos 10%
15 em peso, de preferência, de pelo menos 15% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 30% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 40% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 50% em peso.

20 Uma outra vantagem da utilização de bentonita super-ativada com íons de metal alcalino consiste no fato de que podem ser utilizadas quantidades muito pequenas de vidro solúvel, sendo que, todavia, é obtido um granulado, que, por um lado, exibe uma elevada estabilidade mecânica, e, por outro lado, exibe uma rápida dissolução. De preferência, a solução de
25 vidro solúvel é adicionada em uma quantidade tal, à bentonita de sódio super-ativada com íons de metal alcalino, que o granulado de bentonita contenha, em um teor em água de 8% em peso, uma fração em silicato de metal alcalino, de preferência, silicato de sódio, de menos do que 4,0% em peso, de preferência, de menos do que 3,5% em peso, especialmente de preferência,
30 cia, de menos do que 3,0% em peso, de preferência, de menos do que 2,6% em peso, especialmente, de menos do que 2,0% em peso.

De preferência, a bentonita super-ativada com íons de metal al-

calino é preparada a partir de uma bentonita, que apresente, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de bentonita, um pH de mais do que 7, de preferência, um pH de mais do que 8, especialmente de preferência, um pH de mais do que 9, especialmente, um pH na faixa de 8 - 10.

5 De preferência, a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino apresenta uma capacidade de intumescimento em água de pelo menos 15 mL / 2g. Pela capacidade de intumescimento, é suportada a rápida dissolução do granulado. Apesar da elevada capacidade de intumescimento da bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, nesse caso, não se
10 observa qualquer retardamento da dissolução do granulado por formação de gel nos grãos de bentonita.

A bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é preparada, de preferência, por ativação de uma bentonita de cálcio. Podem ser utilizadas bentonitas de cálcio usuais. Bentonitas de cálcio desse tipo têm, usu-
15 almente, capacidades de troca de cátions na faixa de 50 meg / 100 g até 120 meg / 100 g. Em si, contudo, é também possível, para a super-ativação, se utilizar mesmo uma bentonita de sódio.

Os íons de metal alcalino, com os quais a bentonita é super-ativada, são escolhidos, de preferência, a partir do grupo de íons sódio e
20 íons potássio, sendo que são especialmente preferidos os íons sódio.

No caso de uma ativação com íons sódio, é ativada a bentonita utilizada como material de partida, especialmente bentonita de cálcio, de preferência com um composto a partir do grupo de carbonato de sódio, hidrogeno-carbonato de sódio, fosfato de sódio, oxalato de sódio e citrato de
25 sódio. Fosfatos de sódio adequados são, por exemplo, monofosfato trissódico e polifosfato trissódico. No caso de uma ativação com íons potássio, escolhe-se o composto de potássio, de preferência, a partir do grupo de carbonato de potássio, hidrogeno-carbonato de potássio, fosfato de potássio, citrato de potássio e oxalato de potássio. A ativação da bentonita, especialmente
30 bentonita de cálcio, é realizada, em si, de maneira usual. Para tal, a bentonita, que pode apresentar uma umidade na faixa de 20 até 40% em peso, é amassada com a quantidade calculada do composto de metal alcalino. A

seguir, a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino pode ser seca, moída e, eventualmente, peneirada, a fim de se ajustar o tamanho de grão desejado.

5 A granulação da bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, especialmente de preferência, bentonita de sódio, ocorre, em si, de acordo com processos usuais. Por exemplo, a solução de vidro solúvel pode ser atomizada sobre a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino em movimento. Para isso, podem ser utilizados, por exemplo, misturadores de queda livre, nos quais se forma um cortinado de partículas descendentes
10 da bentonita super-ativada, sobre o qual, então, a solução de vidro solúvel é atomizada.

Depois da granulação, o teor em água do granulado pode ser diminuído, por exemplo, por introdução de ar aquecido, para o valor desejado. Usualmente, o teor em água dos granulados de bentonita prontos importa
15 em 6 até 14% em peso, de preferência, em 7 até 12% em peso, especialmente de preferência, em 8 até 10% em peso.

De preferência, a granulação da bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, especialmente, bentonita de sódio, ocorre, contudo, de maneira tal que a bentonita super-ativada é previamente colocada em um
20 misturador de mistura rápida e o vidro solúvel é adicionado dentro de um curto intervalo de tempo em sua quantidade total. A granulação pode ser realizada tanto em um processo em batelada, como também em um processo contínuo. Para a granulação no processo em batelada, pode ser utilizado um assim chamado misturador Eirich, e, para a granulação contínua, pode
25 ser utilizado, por exemplo, um misturador com lâminas frontais (em Alemão: *Pflugscharmischer*) que opera de maneira contínua, tal como ele é oferecido, por exemplo, pela firma Lödige, ou um misturador de camadas em anel, tal como um Misturador Lödige CB.

Um outro objeto da invenção é um granulado de bentonita, tal
30 como, por exemplo, ela pode ser obtida com o processo acima descrito. Um granulado de bentonita desse tipo destaca-se pelo fato de que ele se solubiliza muito rapidamente ou se dissolve muito rapidamente em água.

O granulado de bentonita de acordo com a invenção apresenta as seguintes propriedades:

- um volume de intumescimento de pelo menos 15 mL / 2 g
- uma dissolução em água, depois de 30 segundos, de pelo menos 80%.

De preferência, o granulado de bentonita apresenta uma dissolução em água, depois de 90 segundos, de pelo menos 90%, especialmente de preferência, de pelo menos 95%, e, especialmente de preferência, de pelo menos 99%.

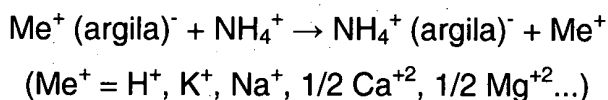
- 10 A bentonita super-ativada granulada apresenta, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de granulado, de preferência, um pH de mais do que 10.

A invenção será mais pormenorizadamente explicada com base em Exemplos.

15 Métodos de medida utilizados

Capacidade de troca de cátions

Princípio: A argila é tratada com um grande excesso de solução de NH_4Cl aquosa, lavada e determina-se a quantidade de NH_4^+ que permanece sobre a argila, por meio de análise elementar.



- 20 Aparelhagem: Peneira, 63 μm ; erlenmeyer - frasco de vidro esmerilhado, 300 mL; balança analítica; filtro de sucção com membrana, 400 mL; filtro de nitrato de celulose, 0,15 μm (firma Sartorius); estante se secagem; resfriador de refluxo; chapa de aquecimento; unidade de destilação, VAPODEST-5 (firma Gerhardt, número 6550); frasco de medição, 250 mL;
- 25 firma Flammen-AAS.

Produtos químicos: Reagente de Nessler solução de NH_4Cl 2 N (firma Merck, número do artigo 9028); solução de ácido bórico, a 2%; solução de hidróxido de sódio, a 32%; ácido clorídrico 0,1 N; solução de NaCl , a 0,1%;

solução de KCl, a 0,1%.

Realização: 5 g de argila são peneiradas por uma peneira de 63 μm e seca a 110°C. Depois disso são pesados precisamente 2 g, sobre a balança analítica, por pesagem diferencial, para o erlenmeyer - frasco de vidro esmerilhado, e misturado com 100 mL de solução de NH_4Cl 2 N. A suspensão é cozida ao longo de uma hora sob refluxo. No caso de bentonita com teor em CaCO_3 muito elevado, pode-se chegar a um desenvolvimento de amoníaco. Nesses casos, deve ser adicionada tanta solução de NH_4Cl até que nenhum odor de amoníaco possa ser constatado. Um controle adicional pode ser realizado com papel indicador umedecido. Depois de um tempo de repouso de cerca de 16 horas, a NH_4^+ -bentonita é removida por filtração por meio de um filtro de sucção com membrana e lavada até preponderante isenção de íons com água completamente deionizada (cerca de 800 mL). A constatação da isenção de íons da água de lavagem é realizada em íons NH_4^+ com o reagente de Nessler aconselhado para isto. O tempo de lavagem pode variar de acordo com o tipo de argila entre 30 minutos e 3 dias. A NH_4^+ -argila lavada é colhida pelo filtro, seca ao longo de 2 horas a 110°C, moída, peneirada (peneira de 63 μm) e seca novamente ao longo de 2 horas a 110°C. Depois disso, o teor em NH_4^+ da argila é determinado por meio de análise elementar.

Cálculo da CEC: A CEC (capacidade de troca de cátions) da argila é determinada, de maneira habitual, por meio do teor em NH_4^+ da NH_4^+ -argila, que foi determinado por meio de análise elementar do teor em N. Para isso, foi empregado o aparelho Vario EL 3 da firma Elementar-Heraeus, Hanau, Alemanha, de acordo com as indicações do fabricante. Os dados ocorrem em mval/100 g de argila (meq/100 g).

Exemplos: Teor em nitrogênio = 0,93%;

Peso molecular: N = 14,0067 g/mol

$$\text{CEC} = \frac{0,93 \times 1.000}{14,0067} = 66,4 \text{ mVal}/100 \text{ g}$$

CEC = 66,4 meq/100 g de NH_4^+ -Bentonita

Determinação do teor em água

O teor em água dos produtos a 105°C é determinada sob utilização do método DIN/ISO-787/2.

Determinação do valor de pH de uma amostra de bentonita

- 5 2 g da amostra são dispersos em 90 mL de água destilada. Depois disso, o valor do pH é determinado com um eletrodo de vidro calibrado.

Determinação das velocidades de solubilização de granulados

A velocidade de solubilização dos granulados é investigada com um processo, tal como ele é descrito no documento 99/32591.

- 10 Os granulados são peneirados primeiramente com uma peneira da largura de malha de 200 µm. 8 g do material peneirado são colocados em um litro de água, que foi temperado em 30°C e que apresenta uma dureza alemã de 21°. Com um agitador de pás, agita-se durante 90 segundos a 800 rpm. O resíduo remanescente do granulado é removido por peneiração com
- 15 uma peneira da largura de malha de 0,2 mm e, a seguir, seco para um peso constante a 40°C. O resíduo é pesado e a solubilidade é determinada como diferença com relação à quantidade de granulado pesada.

Determinação da estabilidade mecânica

- 20 105 até 115 g do granulado são colocados sobre uma peneira da largura de malha de 0,15 mm e frações finamente divididas do granulado são removidas por peneiração.

- 25 100 g do granulado liberado de frações finas são colocados em uma peneira da largura de malha de 0,15 mm, a qual está fixada sobre uma concha coletora. Sobre o granulado, são colocados 3 bolas de borracha, que apresentam um diâmetro de 2,9 mm. A peneira é recoberta com uma tampa, sendo que entre a peneira e a tampa está prevista um espaçamento de 25 mm. O dispositivo constituído a partir da concha coletora, da peneira e da tampa, é colocado em um agitador rotativo e agitado ali 15 minutos. A seguir, é pesado o granulado coletado na concha coletora. Esse número corresponde ao índice de cominuição durante 15 minutos de tempo de agitação.
- 30

A peneira é mais uma vez agitada 15 minutos e o material é novamente é pesado, o qual tinha sido coletado na concha de coleta. A partir

da soma do procedimento de peneiração, origina-se um índice de cominuição durante 30 minutos.

Determinação do volume de intumescimento

Um cilindro de medição de 100 mL graduado é enchido com 100
5 mL água destilada ou uma solução aquosa de soda 1% polifosfato trissódica 2%. 2 g de bentonita são colocados lentamente e em porções, cada uma de aproximadamente 0,1 até 0,2 g, com uma espátula, sobre a superfície da água. Depois da submersão de uma porção adicionada é adicionada a próxima porção. Depois que os 2 g de bentonita foram adicionado e tinham a-
10 fundado para o fundo do cilindro de medição, o cilindro é deixado repousar durante uma hora à temperatura ambiente. A seguir, lê-se, na graduação do cilindro de medição, a altura da substância intumescida em mL / 2 g.

Determinação do resíduo de peneiração seco

Cerca de 50 g do material de argila seco ao ar investigado são
15 pesados sobre uma peneira da largura de malha correspondente. A peneira é conectada a um aspirador de pó, que suga pela peneira, por meio de uma fenda de sucção circular abaixo do piso da peneira, todas as frações mais finas que são do que a peneira. A peneira é recoberta com uma tampa de plástico e o aspirador de pó é ligado. Depois de 5 minutos, o aspirador de pó
20 é desligado e a quantidade de frações grosseiras que permanecem sobre a peneira é determinada por pesagem por diferença.

Difratometria de raios X

O registro de raios X são realizados em um difratômetro de pó de elevada resolução da firma Philips (X'-Pert-MPD (PW3040)), o qual era
25 dotado com um anodo de CO.

Determinação do teor em montmorilonita por meio da adsorção em azul de metileno

O valor de azul de metileno é uma medida para a superfície interna dos materiais de argila.

a) Preparação de uma solução de difosfato tetrassódico

30 5,41 g de difosfato tetrassódico são pesados com erro de 0,001 g, de maneira precisa, para um frasco de medição e completado, com água destilada, sob agitação, até a marca de calibração.

b) Preparação de uma solução de azul de metilenoa 0,5%

Em um bécher de vidro de 2.000 mL, são dissolvidos 125 g de azul de metileno em cerca de 1.500 mL de água destilada. A solução é separada por decantação e completada para 25 L com água destilada.

- 5 0,5 g de bentonita de teste úmida, com superfície interna conhecida, são pesados com um erro de 0,001 g, de maneira precisa, para um frasco erlenmeyer. São adicionados 50 mL de solução de difosfato tetrassódico e a mistura é aquecida à ebulição 5 minutos. Depois do resfriamento para a temperatura ambiente, são adicionados 10 mL de H₂SO₄ 0,5 molar e
- 10 adicionam-se 80 até 95% do consumo final a ser esperado de solução de azul de metileno. Com o bastão de vidro, retira-se uma gota da suspensão e coloca-se sobre um papel de filtro. Forma-se uma mancha preto azulada com um halo incolor. Adiciona-se, agora, em porções de 1 mL, solução de azul de metileno adicional, e o ensaio de toque é repetido. A adição ocorre
- 15 até o momento em que o halo se tingem levemente de azul claro, portanto, a quantidade de azul de metileno adicionada não mais é absorvido pela bentonita de teste.

c) Teste de materiais de argila

- 20 O teste do material de argila é realizado da mesma maneira como para a bentonita de teste. A partir da quantidade de azul de metileno consumida, pode-se calcular a superfície interna do material de argila.

381 mg de azul de metileno / g de argila correspondem, de acordo com esse processo, a um teor de 100% de montmorilonita.

Exemplo 1:

- 25 Como bentonita, foi empregada uma bentonita de cálcio natural, que apresenta as seguintes propriedades:

Tabela 1: Propriedades da Bentonita

Propriedade	Valor
Teor em montmorilonita por meio de adsorção de azul de metileno	75%
Teor em mineral acompanhante por meio de medições com raios X	
Quartzo	< 1% em peso
Cristobalita	< 5% em peso
Feldspato	< 12% em peso
Capacidade de troca de cátions por meio do método de NH ₄	75 meq/100 g

Essa bentonita foi ativada com diferentes frações de soda. Como comparação, foi empregada uma amostra da bentonita, que não fora submetida a qualquer ativação. As amostras de bentonitas obtidas estão reunidas na Tabela 2.

5

Tabela 2: Grau de Ativação da Bentonita Empregada

Bentonita	Ativação	Quantidade de soda adicionada (% em peso)	Concentração de Na ⁺ no eluato (meq/100 g)	Fração de Na ⁺ na CEC total (%)
1	nenhuma	0	15	20
2	estequiometricamente	3	76	100
3	super-estequiometricamente	4,3	96	126

As bentonitas mencionadas na Tabela 2 foram granuladas, em cada caso, com vidro solúvel, sendo que foram utilizados dois tipos de vidro solúvel, que se diferenciam em seu módulo. Os dados do vidro solúvel utilizado estão reunidos na Tabela 3.

10

Tabela 3: Propriedades dos Vidros Solúveis Utilizados para a Granulação

Vidro solúvel	Módulo de SiO ₂ :Na ₂ O
A	2,65
B	3,2

Ativação da bentonita

Em cada caso, 350 g de bentonita, fora seca para um teor de água de cerca de 30%, é colocada em um misturador Werner & Pfleider Tipo LUK 050 T e amassados 1 minuto. Depois disso, adiciona-se a quantidade correspondente de soda, sob continuação da misturação, e a mistura é a-

15

massada durante outros 10 minutos. A massa de amassamento é subdividida com as mãos em pequenos pedaços e seca em uma estante de ar circulante à cerca de 75°C, durante 2 até 4 horas, para um teor em água de 10 ± 2%. O objeto de secagem é, então, moído em um moinho de rotor de impacto Retsch Tipo SR 3 com uma peneira de 0,12 mm.

Preparação dos granulados

Em um misturador intensivo Eirich R02E, foram previamente colocados 1.000 g da bentonita caracterizada na Tabela 2 e adiciona-se dosadamente, por meio de uma tremonha, como agente de aglomeração, água ou água-vidro solúvel (vidro solúvel A ou B). Em cada caso, foram utilizados soluções de vidro solúvel com um teor em sólidos de 10%, 20% e 40%. Nesse caso, foi escolhido o ajuste baixo para a velocidade de rotação do prato, assim como a velocidade de rotação máxima para o vórtice. Os parâmetros de aglomeração, se não indicado de outra maneira, a seguir, em cada caso, foram escolhidos de maneira tal que mais do que 50% dos granulados se situavam em uma faixa de tamanho de partícula de 0,4 até 1,4 mm. Com relação a isso, os granulados, depois da granulação e da secagem, foram selecionados por peneiramento de maneira correspondente.

Investigação da velocidade de dispersão

Os granulados foram investigados, da maneira descrita acima, com respeito a sua velocidade de dispersão. Os dados determinados estão reunidos na Tabela 4, para uma granulação com um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2,65, e, na Tabela 5, para uma granulação com um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2. Além dos dados com relação à dissolução dos granulados, estão registrados nas Tabelas 4 e 5 ainda os volumes de intumescimento dos granulados obtidos em conjunto com os valores de pH quando da solubilização do granulado em água.

Tabela 4: Propriedades de Granulados, que foram granulados com diferentes quantidades de vidro solúvel de módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2,65

Bentonita	Agente de aglomeração	Volume de intumescimento mL / 2 mg	Solubilidade		Valor de pH	Fração de vidro solúvel (%)
			90 s	30 s		
1	Água	12	70	52	9,5	-
1	296 g A (10%)	12	75	61		1,2
1	313 g A (20%)	18	91	83		2,6
1	426 g A (40%)	18	99	98	10,6	7,2
2	314 g de água	20	66	30	10,7	-
2	352 g A (10%)	14	63	44	10,7	1,5
2	364 g A (20%)	14	98	91	10,6	3,1
2	430 g A (40%)	14	>99,5	>99,5	10,6	7,3
3	450 g de água	15	90	74	10,5	-
3	284 g A (10%)	20	100	100	10,5	1,2
3	330 g A (20%)	19	100	99,5	10,6	2,8
3	352 g A (40%)	17	>99,5	>99,5	10,5	6,0

5 Levando-se em consideração os granulados, que meramente foram granulados com água, reconhece-se que o volume de intumescimento no caso de bentonita não ativada, importa em 12 mL / 2 mg, no caso de bentonita ativada estequiometricamente, se eleva para 20 mL / 2 g, a fim de cair, então, no caso de bentonita super-ativada, novamente para 15 mL / 2 g.

10 Levando-se em consideração a solubilidade, no caso da bentonita super-ativada 3, já em uma fração de vidro solúvel de 1,2%, depois de 30 segundos, é alcançada uma completa solubilização, enquanto que, no caso da bentonita ativada estequiometricamente 2, é necessária uma fração de vidro solúvel nitidamente mais elevada de 7,3%, a fim de se conseguir, dentro de 30 segundos, uma solubilização completa do granulado.

15 Todos os granulados exibiram uma elevada estabilidade mecânica e a abrasão, de acordo com o método de teste anteriormente descrito, importou em $\leq 2\%$. Mesmo no caso de baixa concentração de vidro solúvel, foi obtido um granulado, que apresentou uma estabilidade mecânica sufici-

ente para a aplicação técnica.

Tabela 5: Propriedades de Granulados, que foram granulados com diferentes quantidades de vidro solúvel de módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2

Bentonita	Agente de aglomeração	Volume de intumescimento mL / 2 mg	Solubilidade		Valor de pH	Fração de vidro solúvel (%)
			90 s	30 s		
1	água	12	70	52	9,5	-
1	252 g B (10%)	11	77	62		0,9
1	275 g B (20%)	13	96	84		1,9
1	341 g B (40%)	16	97	93		4,8
2	314 g de água	20	66	30	10,7	-
2	519 g B (10%)	13	99	94	10,4	1,5
2	410 g B (20%)	13	98	94	10,4	3,0
2	457 g B (40%)	18	>99,5	>99,5	10,1	6,6
3	258 g de água	15	90	74	10,5	-
3	305 g B (10%)	16,5	>99,0	97,0	10,7	0,85
3	330 g B (20%)	17,0	>99,5	>99,5	10,6	1,8
3	352 g B (40%)	19,0	>99,5	>99,5	10,5	3,9

Se for utilizado um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2, que, portanto, apresenta uma pequena fração de bases fortes, já é suficiente uma fração de vidro solúvel de 1,8%, a fim de se conseguir, no caso da bentonita super-ativada 3, dentro de 30 segundos, uma solubilização praticamente completa do granulado. No caso da bentonita ativada estequiometricamente, por sua vez, são necessárias frações mais elevadas de vidro solúvel, a fim de se conseguir uma rápida solubilização do granulado.

Todos os granulados exibiram uma elevada estabilidade mecânica e a abrasão, de acordo com o método de teste anteriormente descrito, importou em $\leq 2\%$. Mesmo no caso de baixa concentração de vidro solúvel, foi obtido um granulado, que apresentou uma estabilidade mecânica suficiente para a aplicação técnica.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, em que:

5 é preparada uma bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, que está super-ativada com pelo menos 110% de sua capacidade de troca catiônica com íons de metal alcalino; e

é granulada a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino com uma solução de vidro solúvel.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que a solução de vidro solúvel apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de mais do que 3,2, sendo que X é escolhido a partir de sódio e de potássio.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, em que a solução de vidro solúvel apresenta um teor em sólidos de pelo menos 10% em peso.

15 4. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que o íon de metal alcalino é escolhido a partir do grupo de íons sódio e de íons potássio.

5. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a solução de vidro solúvel é adicionada, à bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, em uma quantidade tal que o granulado de bentonita, em um teor em água de 8% em peso, contenha uma fração em silicato de metal alcalino, especialmente silicato de sódio, de menos do que 3,0% em peso.

25 6. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é preparada a partir de uma bentonita, que, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de bentonita, apresenta um pH de mais do que 8.

7. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino apresenta uma capacidade de intumescimento em água de pelo menos 15 mL / 2 g.

30 8. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é preparada

por ativação de uma bentonita de cálcio.

9. Processo, de acordo com a reivindicação 8, em que a bentonita de cálcio é ativada com um composto a partir do grupo de carbonato de sódio, citrato de sódio, hidrogeno-carbonato de sódio e fosfato de sódio.

5 10. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que o granulado de bentonita é seco para um teor em água na faixa de 6 até 14% em peso.

10 11. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, obtido com um processo de acordo com uma das reivindicações 1 até 10, que apresenta as seguintes propriedades:

- um volume de intumescimento de pelo menos 15 mL / 2 g;
- uma dissolução em água, depois de 30 segundos, de pelo menos 80%.

15 12. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com a reivindicação 11, em que o granulado de bentonita apresenta uma dissolução em água, depois de 90 segundos, de pelo menos 90%.

13. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com a reivindicação 11 ou 12, em que o granulado de bentonita, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso em granulado, apresenta um pH de mais do que 10.

20 14. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com uma das reivindicações 11 até 13, em que o granulado apresenta uma abrasão de $\leq 2\%$.

25 15. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com uma das reivindicações 11 até 13, em que o granulado, em um teor em água de 8% em peso, apresenta um teor em silicato de sódio de menos do que 3% em peso.

RESUMO

Patente de Invenção: "**GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE**".

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação
5 de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, assim como a um granulado de bentonita obtido com o processo. No caso da preparação do granulado de bentonita, de preferência, parte-se de uma bentonita super-ativada, que está super-ativada com pelo menos 110% de sua capacidade de troca catiônica com íons de metal alcalino. essa é, de preferência, granu-
10 lada com uma solução de vidro solúvel, que apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de 3,2, sendo que X é escolhido a partir de sódio e potássio.

- Novo quadro reivindicatório (total de 14 reivindicações), incorporando as emendas às reivindicações, conforme Relatório de Exame Preliminar.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, em que:

5 é preparada uma bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, que está super-ativada com pelo menos 110% de sua capacidade de troca catiônica com íons de metal alcalino; e

10 é granulada a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino com uma solução de vidro solúvel, sendo que a solução de vidro solúvel apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de mais do que 3,2, sendo que X é escolhido a partir de sódio e de potássio.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, em que a solução de vidro solúvel apresenta um teor em sólidos de pelo menos 10% em peso.

15 3. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que o íon de metal alcalino é escolhido a partir do grupo de íons sódio e de íons potássio.

20 4. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a solução de vidro solúvel é adicionada, à bentonita super-ativada com íons de metal alcalino, em uma quantidade tal que o granulado de bentonita, em um teor em água de 8% em peso, contenha uma fração em silicato de metal alcalino, especialmente silicato de sódio, de menos do que 3,0% em peso.

25 5. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é preparada a partir de uma bentonita, que, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de bentonita, apresenta um pH de mais do que 8.

6. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino apresenta uma capacidade de intumescimento em água de pelo menos 15 mL / 2 g.

30 7. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que a bentonita super-ativada com íons de metal alcalino é preparada por ativação de uma bentonita de cálcio.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 8, em que a

bentonita de cálcio é ativada com um composto a partir do grupo de carbonato de sódio, citrato de sódio, hidrogeno-carbonato de sódio e fosfato de sódio.

5 9. Processo, de acordo com uma das reivindicações anteriores, em que o granulado de bentonita é seco para um teor em água na faixa de 6 até 14% em peso.

10. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, obtido com um processo de acordo com uma das reivindicações 1 até 9, que apresenta as seguintes propriedades:

- 10 - um volume de intumescimento de pelo menos 15 mL / 2 g;
- uma dissolução em água, depois de 30 segundos, de pelo menos 80%.

11. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com a reivindicação 10, em que o granulado de bentonita apresenta uma dissolução em água, depois de 90 segundos, de pelo menos 90%.

15 12. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com a reivindicação 10 ou 11, em que o granulado de bentonita, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso em granulado, apresenta um pH de mais do que 10.

20 13. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com uma das reivindicações 10 até 12, em que o granulado apresenta uma abrasão de $\leq 2\%$.

25 14. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, de acordo com uma das reivindicações 10 até 13, em que o granulado, em um teor em água de 8% em peso, apresenta um teor em silicato de sódio de menos do que 3% em peso.

PI 0608600-4

RESUMO

Patente de Invenção: **"GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE E O PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DOS MESMOS"**.

- 5 A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, assim como a um granulado de bentonita obtido com o processo. No caso da preparação do granulado de bentonita, de preferência, parte-se de uma bentonita superativada, que está superativada com pelo menos 110% de sua
- 10 capacidade de troca catiônica com íons de metal alcalino. Essa é, de preferência, granulada com uma solução de vidro solúvel, que apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de 3,2, sendo que X é escolhido a partir de sódio e potássio.

PET. 020080141018

PI 0608600-4

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
**"GRANULADOS DE BENTONITA QUE SE DISSOLVEM RAPIDAMENTE E
O PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DOS MESMOS".**

A presente invenção refere-se a um processo para a preparação
5 de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, assim como a
granulados de bentonita, que podem ser obtidos com esse processo.

Nas formulações de detergentes, são empregadas bentonitas
para a geração de um efeito de toque macio incorporado. Essas bentonitas
apresentam, especialmente no estado ativado como bentonita de sódio, um
10 elevado poder de intumescimento. Quando da aplicação, contudo, surgem
dificuldades, uma vez que, sobre a superfície da partícula de bentonita
forma-se rapidamente uma camada de gel, quando do contato com água, a
qual impede o acesso adicional de água. Depois de uma rápida formação
inicial da camada de gel, retarda-se, portanto, a dissolução dos granulados
15 de bentonita na água, já que o núcleo das partículas permanece estável
durante tempo mais longo e é intumescido apenas muito lentamente pela
água que penetra e, com isso, se dissolve. Finalmente, isto conduz ao fato
de que uma fração considerável do granulado de bentonita é descarregada
com o líquido de lavagem ou que partículas de bentonita maiores
20 permanecem sobre as fibras dos materiais lavados. Em ambos os casos,
portanto, quedam perdidas consideráveis frações da bentonita empregada e
podem não contribuir para o efeito de toque macio.

Bentonitas altamente intumescentes também podem ser
potencialmente empregadas em tabletes de detergente, onde elas podem
25 atuar adicionalmente como agente de explosão de tabletes. Entretanto,
então, isto é somente possível se a dissolução das partículas de bentonita
ocorrer de maneira rápida. No caso de tabletes de detergente, em
comparação aos detergentes em pó normais, são impostas exigências ainda
mais elevadas para a dissolução, a fim de se garantir que nenhuma partícula
30 mais grosseira permaneçam sobre as roupas lavadas. Aqui, portanto, é
especialmente importante que os tabletes de detergente se dissolvam no
licor de lavagem o mais rapidamente possível.

Na Patente européia de número 1 102 729 B1, tenta-se solucionar o problema de uma dissolução deficiente dos granulados de bentonita por meio do fato de que a capacidade de intumescimento dos granulados de bentonita é diminuída, sem que, por meio disso, a dissolução da bentonita nas camadas individuais seja perturbada, de modo que a bentonita presente no líquido de lavagem esteja à disposição, em extensão considerável, para a formação de um efeito de toque macio. Nesse caso, é seca uma bentonita com um teor de montmorilonita de pelo menos 85% em peso, primeiramente para um teor de umidade de 25 até 35% em peso. A bentonita seca é, a seguir, cominuída e processada por adição de água para formar uma pasta extrudável, a qual apresenta um teor de umidade de 25 até 40% em peso. A pasta é, então, extrudada e o extrudado é seco para um teor de umidade de 10 até 14% em peso. Depois da secagem, os extrudados são calcinados a 120 até 250°C, até que eles, a 190°C, apresentem uma perda por recozimento de menos do que 4%. A seguir, os extrudados de bentonita são novamente cominuídos. Para a preparação dessa bentonita com uma baixa capacidade de intumescimento, já é utilizada, como um material de partida, uma bentonita, que, também depois de ativação com íons de sódio, quando do contato com água, se intumescem somente em escala proporcionalmente pequena ou exibe somente uma pequena tendência para a formação de um gel.

Na Patente norte-americana de número 4.746.445, são descritos aglomerados de bentonita, que são preparados atomizando-se bentonita finamente dividida com silicato de sódio como aglutinante. Os aglomerados contêm 1 até 5% de aglutinante. Embora eles apresentem uma outra densidade aparente, os aglomerados não se separam, depois de uma incorporação no pó de detergente, dos outros componentes do detergente, uma vez que eles possuem uma superfície irregular. Os aglomerados apresentam uma elevada estabilidade, de modo que eles não se dissolvem nas outras etapas de produção da preparação de detergente. No entanto, eles se liberam facilmente quando do contato com a água. Para a preparação dos aglomerados de bentonita é utilizada uma argila, que

apresenta grandes frações em montmorilonita. Ela pode ser obtida a partir de fontes naturais, por exemplo, uma bentonita do Wyoming ou do oeste. Entretanto, pode ser utilizada também uma bentonita de cálcio, que foi ativada com compostos alcalinos, tal como carbonato de sódio. O teor em Na₂O dos aglomerados deve importar em pelo menos 0,5%, de preferência, em pelo menos 1%, especialmente de preferência, em pelo menos 2%. Para a aglutinação dos aglomerados de bentonita, é utilizado um vidro solúvel com um módulo de Na₂O:SiO₂ de 1:1,6 até 1:3,2, de preferência, de 1:2 até 1:2,8 ou 1:3,0. Os aglomerados de bentonita são preparados atomizando-se uma solução aquosa do aglutinante sobre bentonita finamente dividida, enquanto esta é movimentada. Nos exemplos, como aglutinante, é utilizada uma solução de vidro solúvel com um teor de sólidos de 7% e um módulo de Na₂O:SiO₂ de cerca de 1:2,4. Além disso, é descrito que, no caso da utilização de soluções de vidro solúvel com um outro módulo de Na₂O:SiO₂, que seja mantido dentro de uma faixa de 1:2 até 1:3, pode ser conseguida uma boa aglomeração, sendo que são obtidos aglomerados não poeirentos.

Aglomerados de bentonita semelhantes são descritos nas Patentes norte-americanas de números 4.767.546, 4.851.137 e 4.488.972, sendo que os exemplos, em cada caso, são escolhidos de maneira idêntica. Os aglomerados de bentonita contêm 1 até 5% de silicato de sódio como aglutinante. Para a preparação dos aglomerados, é utilizada, em cada caso, uma solução de vidro solúvel com um teor em sólidos de 2 até 4% em peso e um módulo de Na₂O:SiO₂ de 1:2 até 1:3. O teor em óxido de sódio na bentonita pode ser escolhido na faixa de 0,5 até 10% em peso. Dados precisos, contudo, não são mencionados nos exemplos. Aqui, são utilizadas, em cada caso, bentonitas de sódio obteníveis comercialmente. Faltam, porém, indicações precisas com relação ao grau de ativação.

Na Patente alemã de número 33 11 568 C2, é descrito um detergente grosseiro em forma de partículas e amaciante para tecidos, que, entre outros, contém bentonita de sódio. A bentonita de sódio está presente como aglomerado de partículas pequenas da bentonita de sódio moída, das quais o cascalho acompanhante tenha sido removido depois da moagem e

antes da aglomeração. Os aglomerados de bentonita estão revestidos ou parcialmente revestidos com um silicato, a fim de se evitar que os aglomerados de bentonita adiram em superfícies. A aglomeração da bentonita ocorre sob adição de solução de silicato de sódio diluída. No exemplo, são

5 descritas partículas de bentonita, que consistem em 82,3 partes em peso de bentonita livre de água, 16,1 partes em peso de água, 1,5 parte em peso de silicato de sódio e 0,06 parte em peso de um corante azul, que é aplicado sobre a superfície das partículas. Como bentonita, é utilizada uma bentonita tratada com carbonato de sódio, que, depois do tratamento com carbonato de

10 sódio, seja liberada se suas frações de cascalho por centrifugação.

Na Patente norte-americana de número 4.699.729, é descrito um processo para a preparação de uma composição de detergente, que contém uma pequena fração em pó de bentonita finamente dividida. A bentonita é aglomerada sobre a superfície de um granulado em forma de partículas.

15 Como aglutinante, é utilizada uma solução de silicato de sódio, que apresenta um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:2,4. Em geral, podem ser utilizadas soluções de silicato de sódio com um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:1,6 até 1:3,2, de preferência, de 1:2 até 1:3, especialmente de preferência, de 1:2,35 ou 1:2,4.

20 Como bentonita, é utilizada, de preferência, bentonita de sódio, sendo que pode ser empregada tanto uma bentonita de sódio natural, como também uma bentonita de cálcio ativada com Na_2CO_3 . Tipicamente, a bentonita apresenta um teor em Na_2O de 0,8 até 2,8%.

Na Patente norte-americana de número 4 609 473, são descritos

25 aglomerados de bentonita e sulfato de sódio, que conferem aos tecidos um efeito de toque macio. Os aglomerados são preparados, aglomerando-se a bentonita finamente dividida e o sulfato de sódio, com auxílio de um aglutinante. No caso mais simples, pode ser utilizada umidade para isso. Contudo, é também possível empregar silicato de sódio como aglutinante

30 orgânico, sendo que, entretanto, não estão indicados valores mais precisos com relação à quantidade e ao módulo. Como bentonita, de preferência, são utilizadas bentonitas de sódio naturais. Também podem ser utilizadas

bentonitas de cálcio, que foram ativadas com carbonato de sódio. No Exemplo 1, é preparado um aglomerado a partir de bentonita de sódio finamente dividida e de sulfato de sódio, sendo que, como aglutinante, utiliza-se água. Se os aglomerados obtidos forem comparados, em suas propriedades de amaciante com aglomerados, que tenham sido obtidos por aglomeração da mesma bentonita com solução de silicato de sódio diluída, assim, os aglomerados descritos primeiramente apresentam propriedades essencialmente melhores.

Na Patente alemã de número 39 42 066 A1, é descrito um processo para a preparação de um aditivo de detergente granular, que atua de maneira avivante. O aditivo de detergente contém (A) 30 até 90% em peso de um silicato lamelar, (B) 1 até 40% em peso de zeólita NaA finamente cristalina, sintética, (C) 0 até 30% em peso de sais solúveis em água a partir da classe dos sulfatos, carbonatos, silicatos e fosfatos do sódio ou do potássio, assim como (D) o restante para 100% em peso de água. De preferência, componentes do grupo (C) são sulfato de sódio e carbonato de sódio, ambos os quais são empregados como sais livres de água, isoladamente ou em mistura. Os componentes são misturados à seco, então, misturados com um componente aquoso, que contém uma fração da zeólita. A formação de granulado ocorre, portanto, sem adição de vidro solúvel.

Na Patente alemã de número 34 19 571, é descrita uma mistura de amaciamento de tecidos utilizável como aditivo para um detergente em forma de partículas. A mistura de amaciamento contém partículas de amaciamento discretas, que contêm pelo menos cerca de 75% em peso de uma argila do tipo esmectita e menos do que cerca de 5% em peso de substâncias ativas de lavagem do grupo dos tensoativos aniônicos, não-aniônicos, anfólicas e zwitteriônicas. As partículas de amaciamento são preparadas atomizando-se a argila de esmectita com uma solução, que contém um composto de amônio quaternário. Uma vez que não ocorre qualquer reação de troca com a argila, tanto quanto o composto de amônio esteja meramente adsorvido na superfície da argila, a quantidade de

composto de amônio pode ser nitidamente reduzida. Como argilas, são empregadas, de preferência, bentonitas de sódio. No entanto, podem ser empregadas também bentonitas de cálcio, que foram ativadas pelo tratamento com carbonato de sódio. As partículas de amaciamento podem conter, opcionalmente, além da argila do tipo de esmectita, substâncias que amaciam o tecido desejado ou que não influenciam a lavagem de maneira desvantajosa, sendo que exemplos para materiais adequados são aglutinantes ou agentes de aglomeração, por exemplo, silicato de sódio. Um silicato de sódio adequado apresenta um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de, por exemplo, 1:2,4.

Na Patente européia de número 0 387 426 A2, é descrito um aditivo de detergente para a geração de um efeito de toque macio, que contém uma hectorita natural de determinada composição. A aglomeração da hectorita é realizada no Exemplo 1, com água como agente de aglomeração. Os aglomerados úmidos são secos e peneirados para o tamanho de partícula desejado.

Na Patente alemã de número 42 43 389 A1, é descrito um processo para a preparação de agentes de sorção, que são utilizados, por exemplo, como cama de animais. Para isso, é homogenizada uma bentonita fracamente intumescível, de preferência, uma bentonita de cálcio, com um teor em montmorilonita de cerca de 40 até 65% em peso, com um composto de metal alcalino que reage de maneira básica, por amassamento íntimo, e convertida em uma bentonita capaz de intumescer por meio de troca iônica. O composto de metal alcalino, de preferência, o composto de sódio correspondente, é empregado em uma quantidade de 0,1 até 1,5% em peso, de preferência, de 0,25 até 1,5% em peso, com relação à bentonita bruta seca. Nos Exemplos, é utilizado como composto de metal alcalino, entre outros, uma solução de vidro solúvel. As quantidades adicionadas correspondem a um teor em Na_2O de 0,5%, 1,0% e 1,5%. No caso desse processo, contudo, não é ativada primeiramente a bentonita bruta de cálcio com um composto de metal alcalino e, a seguir, a bentonita ativada é granulada.

A aplicação de vidro solúvel como aglutinante para a preparação de aglomerados de bentonita, tais como eles são usuais em aditivos de detergentes, já é conhecida desde muito tempo. Usualmente, são empregados, nesse caso, vidros solúveis com um módulo de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de cerca de 2,4. Os vidros solúveis têm que ser fortemente alcalinos, a fim de impedir que ocorra uma polimerização prematura do vidro solúvel. Isso conduziria a um enrijecimento dos granulados e, com isso, a uma dissolução rápida no líquido de lavagem. Os granulados de bentonita são posteriormente processados para formar composições detergentes, para o que os granulados de bentonita, depois da preparação, têm que ser primeiramente empacotados e, então, por exemplo, transportados para os produtores de detergentes. Nesse caso, afastam-se os trabalhadores do contato com os granulados de bentonita ou do pó que se desenvolve a partir delas. Por causa das propriedades fortemente alcalinas do vidro solúvel, especialmente se eles forem empregados em maiores quantidades, o granulado de bentonita atua de maneira irritante, isto é, no caso do manejo dos granulados de bentonita, têm que ser tomadas as correspondentes precauções de segurança.

A invenção tem por base, agora, a tarefa de se colocar à disposição um processo para a preparação de granulados de bentonita, com o qual são obtidos granulados de bentonita, que sejam manejáveis sem maiores precauções de segurança. Os granulados devem poder ser armazenados durante tempo mais longo e exibirem uma dissolução rápida no licor de lavagem.

A tarefa é solucionada com um processo com a característica da reivindicação 1. Concretizações adicionais vantajosas do processo são objeto das reivindicações dependentes.

De maneira surpreendente, constatou-se que, no caso da utilização de bentonita, superativada com íons de metal alcalino, podem ser obtidos granulados que exibem uma dissolução muito rápida em água. A bentonita introduzida na água ou em um licor de lavagem pode, portanto, se dissolver completamente, em intervalos de tempo tais como estão à

disposição no decorrer de um ciclo de lavagem normal em uma máquina de lavar, e, por conseguinte, está completamente disposição à para a geração de um bom efeito de toque macio, no caso da aplicação sobre tecidos. A perda pela descarga de partículas de bentonita não dissolvidas com a água de lavagem podem ser minimizadas e não permanecem quaisquer resíduos de aglomerados de bentonita grosseiros sobre os tecidos lavados.

As melhores propriedades de intumescimento de bentonitas em água são alcançadas em si com bentonita ativada com íons de metal alcalino de maneira estequiométrica. Se for adicionalmente aumentada a quantidade de álcali utilizada para a ativação da bentonita, diminui o volume de intumescimento em contrapartida. Portanto, espera-se, em si, as melhores propriedades de intumescimento e, com isso, uma rápida dissolução do granulado quando da utilização de uma bentonita ativada estequiometricamente. De maneira surpreendente, mostrou-se, contudo, que, no caso da granulação com vidro solúvel, os granulados, que contêm uma bentonita ativada com íons de metais alcalinos de maneira superestequiométrica, exibem uma rápida dissolução, do que os granulados que foram preparados a partir de uma bentonita ativada estequiometricamente.

Sem que se queira estar ligado a essa teoria, os inventores assumem que a incorporação de íons mais além da quantidade necessária para a ativação conduz a uma blindagem eletrostática das cargas negativas das plaquetas de bentonita.

No caso da preparação dos granulados de bentonita, que se dissolvem rapidamente, procede-se de maneira tal que

é preparada uma bentonita superativada com íons de metal alcalino, a qual é superativada com íons de metal alcalino com pelo menos 110% de sua capacidade de troca de cátions com; e

a bentonita superativada com íons de metal alcalino é granulada com uma solução de vidro solúvel.

Sob uma bentonita superativada com íons de metal alcalino, entende-se uma bentonita, que foi reagida com uma quantidade maior de um

composto de metal alcalino, por exemplo, soda ou oxalato de potássio, do que esta corresponda à sua capacidade de troca de cátions. A capacidade de troca de cátions é determinada em material de partida, portanto, na bentonita não ativada, trocando-se os cátions permutáveis primeiramente em face de íons de amônio e, a seguir, o teor em nitrogênio da bentonita lavada e seca é determinado por análise elementar. A partir das quantidades encontradas de cátions permutáveis, pode ser calculada, então, a quantidade a ser utilizada de compostos de metal alcalino. O excesso molar da quantidade de íons de metal alcalino empregada importa, nesse caso, em pelo menos 110%, de preferência, em pelo menos 120%, especialmente de preferência, em pelo menos 140%, com relação à capacidade de troca de cátions da bentonita. De preferência, escolhe-se o excesso na faixa de 140% até 200%, especialmente de preferência, na faixa de 150% até 180% da capacidade de troca de cátions.

A ativação da bentonita utilizada como material de partida ocorre de maneira em si conhecida. A bentonita úmida, que apresenta, usualmente, um teor em água de 20 até 40% em peso, é amassada com um composto de metal alcalino adequado, por exemplo, soda ou oxalato de potássio, e, a seguir, é seca. A bentonita obtida, superativada com íons de metal alcalino, eventualmente, pode ser novamente moída. Usualmente, a bentonita superativada com íons de metal alcalino apresenta, antes da granulação, um resíduo de peneiração à seco, sobre uma peneira com uma largura de malha de 75 μm , de preferência, de menos do que 15% da quantidade pesada.

Além do processo de ativação descrito, podem ser utilizados também outros processos usuais. Por exemplo, a ativação pode também ocorrer formando-se, primeiramente, uma lama em água da bentonita utilizada como material de partida, e a ativação, então, ocorre por adição de um composto de metal alcalino sólido ou dissolvido em água. A concentração dos componentes de reação é escolhida de maneira tal que seja obtida uma bentonita ativada com íons de metal alcalino, que apresente a superativação necessária.

Para a granulação da bentonita superativada com íons de metal

alcalino, utiliza-se, de preferência, uma solução de vidro solúvel, que apresente um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,2. De preferência, a solução de vidro solúvel apresenta um módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,3, especialmente de preferência, um módulo na faixa de 3,3 até 4,0. No caso da preparação do granulado, portanto, pode ser utilizado, de maneira vantajosa, um vidro solúvel, que apresenta um módulo mais elevado de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$, do que apresentam os vidros solúveis utilizados usualmente. Isso significa que o teor em álcali do vidro solúvel, e, com isso, também do granulado de bentonita, em comparação aos granulados de bentonita até agora disponíveis podem ser nitidamente baixados. No caso da utilização de um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de mais do que 3,2, diminui-se a ação irritante dos granulados de maneira nítida, por meio do que pode-se manejar e transportar os granulados de maneira mais simples. Por exemplo, os granulados têm que ser classificados não mais como "irritantes". Além da solução de vidro solúvel acima descrita, pode ser utilizada uma solução de vidro solúvel de potássio ou uma solução de vidro solúvel de sódio/potássio que atuem da mesma maneira, que apresentem o módulo indicado acima. O módulo aqui se refere ao óxido de potássio ou à mistura de óxido de potássio e óxido de sódio, contudo, apresenta a faixa de valores mencionada acima.

De preferência, no caso da granulação, é empregada uma solução de vidro solúvel, que apresente um teor em sólidos de pelo menos 10% em peso, de preferência, de pelo menos 15% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 30% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 40% em peso, especialmente de preferência, de pelo menos 50% em peso.

Uma outra vantagem da utilização de bentonita superativada com íons de metal alcalino consiste no fato de que podem ser utilizadas quantidades muito pequenas de vidro solúvel, sendo que, todavia, é obtido um granulado, que, por um lado, exibe uma elevada estabilidade mecânica, e, por outro lado, exibe uma rápida dissolução. De preferência, a solução de vidro solúvel é adicionada em uma quantidade tal, à bentonita de sódio

superativada com íons de metal alcalino, que o granulado de bentonita contenha, em um teor em água de 8% em peso, uma fração em silicato de metal alcalino, de preferência, silicato de sódio, de menos do que 4,0% em peso, de preferência, de menos do que 3,5% em peso, especialmente de preferência, de menos do que 3,0% em peso, de preferência, de menos do que 2,6% em peso, especialmente, de menos do que 2,0% em peso.

De preferência, a bentonita superativada com íons de metal alcalino é preparada a partir de uma bentonita, que apresente, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de bentonita, um pH de mais do que 7, de preferência, um pH de mais do que 8, especialmente de preferência, um pH de mais do que 9, especialmente, um pH na faixa de 8 - 10.

De preferência, a bentonita superativada com íons de metal alcalino apresenta uma capacidade de intumescimento em água de pelo menos 15 mL/2g. Pela capacidade de intumescimento, é suportada a rápida dissolução do granulado. Apesar da elevada capacidade de intumescimento da bentonita superativada com íons de metal alcalino, nesse caso, não se observa qualquer retardamento da dissolução do granulado por formação de gel nos grãos de bentonita.

A bentonita superativada com íons de metal alcalino é preparada, de preferência, por ativação de uma bentonita de cálcio. Podem ser utilizadas bentonitas de cálcio usuais. Bentonitas de cálcio desse tipo têm, usualmente, capacidades de troca de cátions na faixa de 50 meg/100 g até 120 meg/100 g. Em si, contudo, é também possível, para a superativação, se utilizar mesmo uma bentonita de sódio.

Os íons de metal alcalino, com os quais a bentonita é superativada, são escolhidos, de preferência, a partir do grupo de íons de sódio e íons potássio, sendo que são especialmente preferidos os íons de sódio.

No caso de uma ativação com íons de sódio, é ativada a bentonita utilizada como material de partida, especialmente bentonita de cálcio, de preferência com um composto a partir do grupo de carbonato de sódio, hidrogeno-carbonato de sódio, fosfato de sódio, oxalato de sódio e

citrato de sódio. Fosfatos de sódio adequados são, por exemplo, monofosfato trissódico e polifosfato trissódico. No caso de uma ativação com íons potássio, escolhe-se o composto de potássio, de preferência, a partir do grupo de carbonato de potássio, hidrogeno-carbonato de potássio, fosfato de potássio, citrato de potássio e oxalato de potássio. A ativação da bentonita, especialmente bentonita de cálcio, é realizada, em si, de maneira usual. Para tal, a bentonita, que pode apresentar uma umidade na faixa de 20 até 40% em peso, é amassada com a quantidade calculada do composto de metal alcalino. A seguir, a bentonita superativada com íons de metal alcalino pode ser seca, moída e, eventualmente, peneirada, a fim de se ajustar o tamanho de grão desejado.

A granulação da bentonita superativada com íons de metal alcalino, especialmente de preferência, bentonita de sódio, ocorre, em si, de acordo com processos usuais. Por exemplo, a solução de vidro solúvel pode ser atomizada sobre a bentonita superativada com íons de metal alcalino em movimento. Para isso, podem ser utilizados, por exemplo, misturadores de queda livre, nos quais se forma um cortinado de partículas descendentes da bentonita superativada, sobre o qual, então, a solução de vidro solúvel é atomizada.

Depois da granulação, o teor em água do granulado pode ser diminuído, por exemplo, por introdução de ar aquecido, para o valor desejado. Usualmente, o teor em água dos granulados de bentonita prontos importa em 6 até 14% em peso, de preferência, em 7 até 12% em peso, especialmente de preferência, em 8 até 10% em peso.

De preferência, a granulação da bentonita superativada com íons de metal alcalino, especialmente, bentonita de sódio, ocorre, contudo, de maneira tal que a bentonita superativada é previamente colocada em um misturador de mistura rápida e o vidro solúvel é adicionado dentro de um curto intervalo de tempo em sua quantidade total. A granulação pode ser realizada tanto em um processo em batelada, como também em um processo contínuo. Para a granulação no processo em batelada, pode ser utilizado um assim chamado misturador Eirich, e, para a granulação

contínua, pode ser utilizado, por exemplo, um misturador com lâminas frontais (em Alemão: *Pflugscharmischer*) que opera de maneira contínua, tal como ele é oferecido, por exemplo, pela firma Lödige, ou um misturador de camadas em anel, tal como um Misturador Lödige CB.

- 5 Um outro objeto da invenção é um granulado de bentonita, tal como, por exemplo, ela pode ser obtida com o processo acima descrito. Um granulado de bentonita desse tipo destaca-se pelo fato de que ele se solubiliza muito rapidamente ou se dissolve muito rapidamente em água.

10 O granulado de bentonita de acordo com a invenção apresenta as seguintes propriedades:

- um volume de intumescimento de pelo menos 15 mL/2 g
- uma dissolução em água, depois de 30 segundos, de pelo menos 80%.

15 De preferência, o granulado de bentonita apresenta uma dissolução em água, depois de 90 segundos, de pelo menos 90%, especialmente de preferência, de pelo menos 95%, e, especialmente de preferência, de pelo menos 99%.

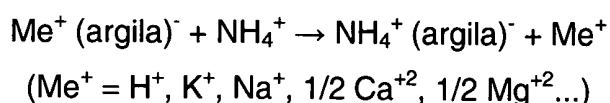
20 A bentonita superativada granulada apresenta, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de granulado, de preferência, um pH de mais do que 10.

A invenção será mais pormenorizadamente explicada com base em Exemplos.

Métodos de medida utilizados

Capacidade de troca de cátions

25 Princípio: A argila é tratada com um grande excesso de solução de NH_4Cl aquosa, lavada e determina-se a quantidade de NH_4^+ que permanece sobre a argila, por meio de análise elementar.



Aparelho: Peneira, 63 μm; Erlenmeyer - frasco de vidro

esmerilhado, 300 mL; balança analítica; filtro de sucção com membrana, 400 mL; filtro de nitrato de celulose, 0,15 μm (firma Sartorius); estante se secagem; resfriador de refluxo; chapa de aquecimento; unidade de destilação, VAPODEST-5 (firma Gerhardt, número 6550); frasco de medição, 5 250 mL; firma Flammen-AAS.

Produtos químicos: Reagente de Nessler solução de NH_4Cl 2 N (firma Merck, número do artigo 9028); solução de ácido bórico a 2%; solução de hidróxido de sódio a 32%; ácido clorídrico 0,1 N; solução de NaCl a 0,1%; solução de KCl a 0,1%.

10 Realização: 5 g de argila são peneirados por uma peneira de 63 μm e seca a 110°C. Depois disso são pesados precisamente 2 g, sobre a balança analítica, por pesagem diferencial, para o Erlenmeyer - frasco de vidro esmerilhado, e misturado com 100 mL de solução de NH_4Cl 2 N. A suspensão é cozida ao longo de uma hora sob refluxo. No caso de bentonita
15 com teor em CaCO_3 muito elevado, pode-se chegar a um desenvolvimento de amoníaco. Nesses casos, deve ser adicionada tanta solução de NH_4Cl até que nenhum odor de amoníaco possa ser constatado. Um controle adicional pode ser realizado com papel indicador umedecido. Depois de um tempo de repouso de cerca de 16 horas, a NH_4^+ -bentonita é removida por
20 filtração por meio de um filtro de sucção com membrana e lavada até preponderante isenção de íons com água completamente deionizada (cerca de 800 mL). A constatação da isenção de íons da água de lavagem é realizada em íons de NH_4^+ com o reagente de Nessler aconselhado para isto. O tempo de lavagem pode variar de acordo com o tipo de argila entre
25 30 minutos e 3 dias. A NH_4^+ -argila lavada é colhida pelo filtro, seca ao longo de duas horas a 110°C, moída, peneirada (peneira de 63 μm) e seca novamente ao longo de duas horas a 110°C. Depois disso, o teor em NH_4^+ da argila é determinado por meio de análise elementar.

Cálculo da CEC: A CEC (capacidade de troca de cátions) da
30 argila é determinada, de maneira habitual, por meio do teor em NH_4^+ da NH_4^+ -argila, que foi determinado por meio de análise elementar do teor em N. Para isso, foi empregado o aparelho Vario EL 3 da firma Elementar-

Heraeus, Hanau, Alemanha, de acordo com as indicações do fabricante. Os dados ocorrem em mval/100 g de argila (meq/100 g).

Exemplos: Teor em nitrogênio = 0,93%;

Peso molecular: N = 14,0067 g/mol

CEC =	0,93 x 1.000	= 66,4 mVal/100 g
	14,0067	

5 CEC = 66,4 meq/100 g de NH_4^+ -Bentonita

Determinação do teor em água

O teor em água dos produtos a 105°C é determinada sob utilização do método DIN/ISO-787/2.

Determinação do valor de pH de uma amostra de bentonita

10 2 g da amostra são dispersos em 90 mL de água destilada. Depois disso, o valor do pH é determinado com um eletrodo de vidro calibrado.

Determinação das velocidades de solubilização de granulados

15 A velocidade de solubilização dos granulados é investigada com um processo, tal como ele é descrito no documento 99/32591.

Os granulados são peneirados primeiramente com uma peneira da largura de malha de 200 μm . 8 g do material peneirado são colocados em um litro de água, que foi temperado em 30°C e que apresenta uma dureza alemã de 21°. Com um agitador de pás, agita-se durante 90 segundos a 800 rpm. O resíduo remanescente do granulado é removido por peneiração com uma peneira da largura de malha de 0,2 mm e, a seguir, seco para um peso constante a 40°C. O resíduo é pesado e a solubilidade é determinada como diferença com relação à quantidade de granulado pesada.

Determinação da estabilidade mecânica

25 105 até 115 g do granulado são colocados sobre uma peneira da largura de malha de 0,15 mm e frações finamente divididas do granulado são removidas por peneiração.

30 100 g do granulado liberado de frações finas são colocados em uma peneira da largura de malha de 0,15 mm, a qual está fixada sobre uma concha coletora. Sobre o granulado, são colocados 3 bolas de borracha, que

apresentam um diâmetro de 2,9 mm. A peneira é recoberta com uma tampa, sendo que entre a peneira e a tampa está previsto um espaçamento de 25 mm. O dispositivo constituído a partir da concha coletora, da peneira e da tampa, é colocado em um agitador rotativo e agitado ali 15 minutos. A seguir, é pesado o
5 granulado coletado na concha coletora. Esse número corresponde ao índice de cominuição durante 15 minutos de tempo de agitação.

A peneira é mais uma vez agitada 15 minutos e o material é novamente é pesado, o qual tinha sido coletado na concha de coleta. A partir da soma do procedimento de peneiração, origina-se um índice de
10 cominuição durante 30 minutos.

Determinação do volume de intumescimento

Um cilindro de medição de 100 mL graduado é enchido com 100 mL de água destilada ou uma solução aquosa de soda a 1% e polifosfato trissódico a 2%. 2 g de bentonita são colocados lentamente e em porções,
15 cada uma de aproximadamente 0,1 até 0,2 g, com uma espátula, sobre a superfície da água. Depois da submersão de uma porção adicionada é adicionada à próxima porção. Depois que os 2 g de bentonita foram adicionados e tinham afundado para o fundo do cilindro de medição, o cilindro é deixado repousar durante uma hora à temperatura ambiente. A
20 seguir, lê-se, na graduação do cilindro de medição, a altura da substância intumescida em mL/2 g.

Determinação do resíduo de peneiração seco

Cerca de 50 g do material de argila seco ao ar investigado são pesados sobre uma peneira da largura de malha correspondente. A peneira
25 é conectada a um aspirador de pó, que suga pela peneira, por meio de uma fenda de sucção circular abaixo do piso da peneira, todas as frações mais finas que são do que a peneira. A peneira é recoberta com uma tampa de plástico e o aspirador de pó é ligado. Depois de 5 minutos, o aspirador de pó é desligado e a quantidade de frações grosseiras que permanecem sobre a
30 peneira é determinada por pesagem por diferença.

Difratometria de raios X

O registro de raios X são realizados em um difratômetro de pó

de elevada resolução da firma Philips (X'-Pert-MPD (PW3040)), o qual era dotado com um anodo de CO.

Determinação do teor em montmorilonita por meio da adsorção em azul de metileno

5 O valor de azul de metileno é uma medida para a superfície interna dos materiais de argila.

a) Preparação de uma solução de difosfato tetrassódico

5,41 g de difosfato tetrassódico são pesados com erro de 0,001 g, de maneira precisa, para um frasco de medição e completado, com água destilada, sob agitação, até a marca de calibração.

10 b) Preparação de uma solução de azul de metileno a 0,5%

Em um bécher de vidro de 2.000 mL, são dissolvidos 125 g de azul de metileno em cerca de 1.500 mL de água destilada. A solução é separada por decantação e completada para 25 L com água destilada.

15 0,5 g de bentonita de teste úmida, com superfície interna conhecida, é pesado com um erro de 0,001 g, de maneira precisa, para um frasco Erlenmeyer. São adicionados 50 mL de solução de difosfato tetrassódico e a mistura é aquecida à ebulição 5 minutos. Depois do resfriamento para a temperatura ambiente, são adicionados 10 mL de H₂SO₄ 0,5 molar e adicionam-se 80 até 95% do consumo final a ser esperado de
20 solução de azul de metileno. Com o bastão de vidro, retira-se uma gota da suspensão e coloca-se sobre um papel de filtro. Forma-se uma mancha preto-azulada com um halo incolor. Adiciona-se, agora, em porções de 1 mL, solução de azul de metileno adicional, e o ensaio de toque é repetido. A adição ocorre até o momento em que o halo se tinge levemente de azul-
25 claro, portanto, a quantidade de azul de metileno adicionada não mais é absorvido pela bentonita de teste.

c) Teste de materiais de argila

O teste do material de argila é realizado da mesma maneira como para a bentonita de teste. A partir da quantidade de azul de metileno
30 consumida, pode-se calcular a superfície interna do material de argila.

381 mg de azul de metileno/g de argila correspondem, de acordo com esse processo, a um teor de 100% de montmorilonita.

Exemplo 1:

Como bentonita, foi empregada uma bentonita de cálcio natural, que apresenta as seguintes propriedades:

Tabela 1: Propriedades da Bentonita

Propriedade	Valor
Teor em montmorilonita por meio de adsorção de azul de metileno	75%
Teor em mineral acompanhante por meio de medições com raios X	
Quartzo	< 1% em peso
Cristobalita	< 5% em peso
Feldspato	< 12% em peso
Capacidade de troca de cátions por meio do método de NH ₄	75 meq/100 g

- 5 Essa bentonita foi ativada com diferentes frações de soda. Como comparação, foi empregada uma amostra da bentonita, que não fora submetida a qualquer ativação. As amostras de bentonitas obtidas estão reunidas na Tabela 2.

Tabela 2: Grau de Ativação da Bentonita Empregada

Bento-nita	Ativação	Quantidade de soda adicionada (% em peso)	Concentração de Na ⁺ no eluato (meq/100 g)	Fração de Na ⁺ na CEC total (%)
1	nenhuma	0	15	20
2	estequiometricamente	3	76	100
3	superestequiometricamente	4,3	96	126

- 10 As bentonitas mencionadas na Tabela 2 foram granuladas, em cada caso, com vidro solúvel, sendo que foram utilizados dois tipos de vidro solúvel, que se diferenciam em seu módulo. Os dados do vidro solúvel utilizado estão reunidos na Tabela 3.

Tabela 3: Propriedades dos Vidros Solúveis Utilizados para a Granulação

Vidro solúvel	Módulo de SiO ₂ :Na ₂ O
A	2,65
B	3,2

Ativação da bentonita

Em cada caso, 350 g de bentonita, fora seca para um teor de água de cerca de 30%, são colocados em um misturador Werner & Pfeider Tipo LUK 050 T e amassados 1 minuto. Depois disso, adiciona-se a
5 quantidade correspondente de soda, sob continuação da misturação, e a mistura é amassada durante outros 10 minutos. A massa de amassamento é subdividida com as mãos em pequenos pedaços e seca em uma estante de ar circulante a cerca de 75°C, durante 2 até 4 horas, para um teor em água de 10 ± 2%. O objeto de secagem é, então, moído em um moinho de rotor
10 de impacto Retsch Tipo SR 3 com uma peneira de 0,12 mm.

Preparação dos granulados

Em um misturador intensivo Eirich R02E, foram previamente colocados 1.000 g da bentonita caracterizada na Tabela 2 e adiciona-se dosadamente, por meio de uma tremonha, como agente de aglomeração,
15 água ou água-vidro solúvel (vidro solúvel A ou B). Em cada caso, foram utilizados soluções de vidro solúvel com um teor em sólidos de 10%, 20% e 40%. Nesse caso, foi escolhido o ajuste baixo para a velocidade de rotação do prato, assim como a velocidade de rotação máxima para o vórtice. Os parâmetros de aglomeração, se não indicado de outra maneira, a seguir, em
20 cada caso, foram escolhidos de maneira tal que mais do que 50% dos granulados se situavam em uma faixa de tamanho de partícula de 0,4 até 1,4 mm. Com relação a isso, os granulados, depois da granulação e da secagem, foram selecionados por peneiramento de maneira correspondente.

Investigação da velocidade de dispersão

25 Os granulados foram investigados, da maneira descrita acima, com respeito à sua velocidade de dispersão. Os dados determinados estão reunidos na Tabela 4, para uma granulação com um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2,65, e, na Tabela 5, para uma granulação com um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2. Além dos dados com
30 relação à dissolução dos granulados, estão registrados nas Tabelas 4 e 5 ainda os volumes de intumescimento dos granulados obtidos em conjunto com os valores de pH quando da solubilização do granulado em água.

Tabela 4: Propriedades de Granulados, que foram granulados com diferentes quantidades de vidro solúvel de módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 2,65

Bentonita	Agente de aglomeração	Volume de intumescimento mL/2 mg	Solubilidade		Valor de pH	Fração de vidro solúvel (%)
			90 s	30 s		
1	Água	12	70	52	9,5	-
1	296 g A (10%)	12	75	61		1,2
1	313 g A (20%)	18	91	83		2,6
1	426 g A (40%)	18	99	98	10,6	7,2
2	314 g de água	20	66	30	10,7	-
2	352 g A (10%)	14	63	44	10,7	1,5
2	364 g A (20%)	14	98	91	10,6	3,1
2	430 g A (40%)	14	>99,5	>99,5	10,6	7,3
3	450 g de água	15	90	74	10,5	-
3	284 g A (10%)	20	100	100	10,5	1,2
3	330 g A (20%)	19	100	99,5	10,6	2,8
3	352 g A (40%)	17	>99,5	>99,5	10,5	6,0

Levando-se em consideração os granulados, que meramente foram granulados com água, reconhece-se que o volume de intumescimento no caso de bentonita não ativada, importa em 12 mL/2 mg, no caso de bentonita ativada estequiometricamente, se eleva para 20 mL/2 g, a fim de cair, então, no caso de bentonita superativada, novamente para 15 mL/2 g.

Levando-se em consideração a solubilidade, no caso da bentonita superativada 3, já em uma fração de vidro solúvel de 1,2%, depois de 30 segundos, é alcançada uma completa solubilização, enquanto que, no caso da bentonita ativada estequiometricamente 2, é necessária uma fração de vidro solúvel nitidamente mais elevada de 7,3%, a fim de se conseguir, dentro de 30 segundos, uma solubilização completa do granulado.

Todos os granulados exibiram uma elevada estabilidade mecânica e a abrasão, de acordo com o método de teste anteriormente descrito, importou em $\leq 2\%$. Mesmo no caso de baixa concentração de vidro solúvel, foi obtido um granulado, que apresentou uma estabilidade mecânica

suficiente para a aplicação técnica.

Tabela 5: Propriedades de Granulados, que foram granulados com diferentes quantidades de vidro solúvel de módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2

Bentonita	Agente de aglomeração	Volume de intumescimento mL/2 mg	Solubilidade		Valor de pH	Fração de vidro solúvel (%)
			90 s	30 s		
1	água	12	70	52	9,5	-
1	252 g B (10%)	11	77	62		0,9
1	275 g B (20%)	13	96	84		1,9
1	341 g B (40%)	16	97	93		4,8
2	314 g de água	20	66	30	10,7	-
2	519 g B (10%)	13	99	94	10,4	1,5
2	410 g B (20%)	13	98	94	10,4	3,0
2	457 g B (40%)	18	>99,5	>99,5	10,1	6,6
3	258 g de água	15	90	74	10,5	-
3	305 g B (10%)	16,5	>99,0	97,0	10,7	0,85
3	330 g B (20%)	17,0	>99,5	>99,5	10,6	1,8
3	352 g B (40%)	19,0	>99,5	>99,5	10,5	3,9

Se for utilizado um vidro solúvel com um módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,2, que, portanto, apresenta uma pequena fração de bases fortes, já é suficiente uma fração de vidro solúvel de 1,8%, a fim de se conseguir, no caso da bentonita superativada 3, dentro de 30 segundos, uma solubilização praticamente completa do granulado. No caso da bentonita ativada estequiometricamente, por sua vez, são necessárias frações mais elevadas de vidro solúvel, a fim de se conseguir uma rápida solubilização do granulado.

Todos os granulados exibiram uma elevada estabilidade mecânica e a abrasão, de acordo com o método de teste anteriormente descrito, importou em $\leq 2\%$. Mesmo no caso de baixa concentração de vidro solúvel, foi obtido um granulado, que apresentou uma estabilidade mecânica suficiente para a aplicação técnica.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de granulados de bentonita que se dissolvem rapidamente, caracterizado pelo fato de que:

5 é preparada uma bentonita superativada com íons de metal alcalino, que está superativada com pelo menos 110% de sua capacidade de troca catiônica com íons de metal alcalino; e

10 é granulada a bentonita superativada com íons de metal alcalino com uma solução de vidro solúvel, sendo que a solução de vidro solúvel apresenta um módulo de $\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}$ de mais do que 3,2, sendo que X é escolhido a partir de sódio e de potássio.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a solução de vidro solúvel apresenta um teor em sólidos de pelo menos 10% em peso.

15 3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o íon de metal alcalino é escolhido a partir do grupo de íons de sódio e de íons potássio.

20 4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a solução de vidro solúvel é adicionada à bentonita superativada com íons de metal alcalino, em uma quantidade tal que o granulado de bentonita, em um teor em água de 8% em peso, contenha uma fração em silicato de metal alcalino, especialmente silicato de sódio, de menos do que 3,0% em peso.

25 5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a bentonita superativada com íons de metal alcalino é preparada a partir de uma bentonita, que, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso de bentonita, apresenta um pH de mais do que 8.

30 6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a bentonita superativada com íons de metal alcalino apresenta uma capacidade de intumescimento em água de pelo menos 15 mL/2 g.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que a bentonita superativada com íons de metal

alcalino é preparada por ativação de uma bentonita de cálcio.

5 8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a bentonita de cálcio é ativada com um composto a partir do grupo de carbonato de sódio, citrato de sódio, hidrogeno-carbonato de sódio e fosfato de sódio.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o granulado de bentonita é seco para um teor em água na faixa de 6 até 14% em peso.

10 10. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente, obtido com um processo, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que apresenta as seguintes propriedades:

- um volume de intumescimento de pelo menos 15 mL/2 g;
- uma dissolução em água, depois de 30 segundos, de pelo menos 80%.

15 11. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o granulado de bentonita apresenta uma dissolução em água, depois de 90 segundos, de pelo menos 90%.

20 12. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente de acordo com a reivindicação 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que o granulado de bentonita, em uma lama aquosa com um teor de 2% em peso em granulado, apresenta um pH de mais do que 10.

25 13. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 12, caracterizado pelo fato de que o granulado apresenta uma abrasão de $\leq 2\%$.

14. Granulado de bentonita que se dissolve rapidamente de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 13, caracterizado pelo fato de que o granulado, em um teor em água de 8% em peso, apresenta um teor em silicato de sódio de menos do que 3% em peso.