

# ÉRTEKEZÉSEK

Földtani Közlöny, Bull. of the Hungarian Geol. Soc. (1969)99. 127—136

## AZ ORGANOFIL BENTONITOK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS VIZSGÁLATA

DR. VÁRKONYI BERNÁT—DR. SZÁNTÓ FERENC\*

(8 ábrával, 4 táblázzal)

**Összefoglalás:** A szódázott istenmezejei és nagytétnyi bentonitok centrifugált szuszpenzióiból cetil-piridinium-kloriddal különböző cetil-piridinium-tartalmú organofil bentonitokat készítettünk és megvizsgáltuk ezek viselkedését benzolban. Megállapítottuk, hogy a benzolos organofil bentonitsuszpenziók üledékterfogata és belső sűrűdése növekszik, ülepedési sebessége és tixotróp koncentrációja pedig csökken az adszorbeált szerves kation mennyiségének növelésével. Megállapítottuk azt is, hogy az istenmezejei és a nagytétnyi bentonitokból készített organofil termékek tulajdonságai kis mértékben különböznek. A kísérleti eredményeket az organofilítási, illetve a dúzzadásképeség és a dezaggregáció mértékének változásával értelmeztük.

### Bevezetés

Jordan és munkatársai (1949) alapvető vizsgálatai óta egyre nagyobb érdeklődés tapasztalható a bentonit organikus származékai, az ún. organofil bentonitok iránt (Jordan és munkatársai, 1950, 1954; Cowan és White, 1958; Slabaugh és Kupka, 1958; McAtee és munkatársai, 1959, 1962, 1963; Weiss, 1963; Szántó és munkatársai, 1959, 1962, 1963; Nahin, 1963).

Érthető ez az érdeklődés, hiszen ezek az anyagok — amellet, hogy elméleti szempontból is fontosak — nagy gyakorlati jelentőségre tettek szert az elmúlt 20 esztendőben és felhasználásuk egyre fokozódik az ipar számos területén (Jordan, 1963; Nahin, 1963).

Az organofil bentonitoknak két fő típusa ismeretes: az első csoportba a kovalens kötésű bentonitszármazékok tartoznak (Berger, 1941; Deuel és munkatársai, 1950, 1951, 1952, 1953, 1957; Slabaugh, 1952; Mukerjee, 1955; Gentili, 1957), a második csoportba pedig az ioncserével előállított termékek sorolhatók (Smith, 1934; Hendricks, 1941; Erbring és Lehman, 1944; Jordan és munkatársai, 1949, 1950, 1954; Barrer és MacLeod, 1955; Cowan és White, 1958; Greenland és Quirk, 1962). Főként az utóbbiak tulajdonságait tanulmányozták részletesen, és megállapították, hogy ezek a bentonitszármazékok megfelelő polarítású szerves folyadékokban kitűnően nedvesednek, jól dúzzadnak és peptizálódnak, így belőlük — a töménységtől függően — nagy diszperzitásfokú organoszuszpenziók vagy tixotróp gélek állíthatók elő. E rendszerek viszkozitását nemcsak a szuszpenziótöménységgel, hanem a diszperziós közeg összetételének rendszeres változtatásával is széles határok között befolyásolhatjuk.

Az organofil bentonitok hazai bentonitokból történő előállításával kapcsolatban eddig kevés rendszeres vizsgálatot végeztek és tulajdonságaikról is meglehetősen keveset tudunk. Ezért kísérleteket végeztünk néhány istenmezejei és nagytétnyi bentonitmintával organofil bentonitok előállítására és módszereket dolgoztunk ki az organofilítási mértékének vizsgálatára.

\* Előadta a MFT Agyagásványtani Szakosztályának 1966. III. hó 21-i szakülésén. Készült a JATE Kolloidkémiai Tanszékén, Szeged

## Kísérleti anyagok és módszerek

A kísérleteket két istenmezejei és két nagy-tétényi bentonitmintával, éspedig a rosszküttetői sárga és rosszküttetői válogatott, valamint a nagy-tétényi homokos és nagy-tétényi kagylós mintákkal végeztük. Ezek közül két jellegzetes minta röntgenanalízissel meghatározott ásványos összetételét az I. táblázat mutatja\*.

A különböző lelőhelyekről származó bentonitok ásványos összetétele (%)

Mineralogical composition (%) of bentonites deriving from different localities

I. táblázat — Table I

Ásvány	Lelelőhely	
	Istenmezeje (rosszküttetői sárga)	Nagy-tétényi (kagylós)
Montmorillonit .....	75,0	90,0
Illit .....	2,9	9,0
Kvarc .....	2,3	1,0
Krisztobalít .....	13,3	—
Kalcit .....	6,5	—
Összesen .....	100,0	100,0

## 1. A bentonitok nátrium-karbonátos kezelése

A bányaállapotú bentonitokat szobahőmérsékleten megszáritottuk, golyósalomban megőröltük, DIN 30-as szítán átszítáltuk és 110°-os szárítószekrényben 5 óráig tartó szárítással meghatározott nedvességtartalmukat. Ezután 100–100 g szárazanyag-tartalmú bentonitot 200–200 ml desztillált vízzel homogén péppé kevertünk. A szuszpenziókhöz — száraz bentonitra számítva — 5% nátrium-karbonátot adtunk 5%-os vizes oldat formájában. A géllel dermedt rendszereket desztillált vízzel 500–500 ml-re egészítettük ki, többször átkevertük, egy napig állni hagytuk, majd vízfürdön szárazra pároltuk, golyósalomban megőröltük és DIN 30-as szítán átszítáltuk.

## 2. A szódázott bentonitok frakcionálása

A szódázott bentonitmintákból 1%-os vizes szuszpenziókat készítettünk és 25 cm ülepitési magasság mellett 6 napig ülepitettük, majd a fennmaradó szuszpenziókat 2880 percenkénti fordulatszámmal 10 percig centrifugáltuk s így nagy diszperzitásfokú szuszpenzióhoz, zömmel kolloid részecskéket tartalmazó szolhoz jutottunk.

## 3. A bentonitok szerves ioncserekapacitásának meghatározása

A centrifugált bentonitsuszpenziók stabilitása növekvő mennyiségű cetil-piridinium-klorid (CPCI) hatására fokozatosan csökken, majd egy meghatározott CPCI mennyiségnél éles koagulálás lép fel. Ezt a stabilitásváltozást az okozza, hogy a bentonit kvazititív megköti (adszorbeálja) az oldatban levő cetil-piridinium (CP)-ionokat, mégpedig úgy, hogy a bentonit cserélhető pozícióiban levő szervesetlen ionjai helyére CP-ionok lépnek. Ezért van O l p h e n (1951) szerint a koaguláló-érték — amely nem más, mint 100 g bentonit koaguláltatásához szükséges CPCI-mennyiség g-ban vagy mekv-ben kifejezve — megadja a bentonit szerves ioncserekapacitását. A minták szerves ioncserekapacitását háromféle módszerrel határoztuk meg: koaguláló titrálással van O l p h e n (1951) szerint, valamint potenciometrikus és konduktometrikus titrálással G u d o v i c s és O v c s a r e n k o (1963) szerint.

A koaguláló titrálást a következőképpen végeztük: néhány tized százalékos nátrium-bentonit-suszpenzióhoz 2%-os vizes CPCI-oldatot adagoltunk mindaddig, amíg a rendszer teljesen koagulált. A koagulálás folyamatának befejezésekor a csapadék a felszínre emelkedik, a diszperziós közeg teljesen tiszta és átlátszó, benne zavarosodás egyáltalán nem észlelhető. A titrálás csepp-pontossággal végezhető.

A potenciometriás titrálást néhány tized százalékos nátrium-bentonitsuszpenziókkal és 2%-os CPCI-oldattal végeztük. A szuszpenziók pH-ját a CPCI-mennyiség függvényében ábrázolva jellegzetes görbék kaptunk és a görbék tőréspontjának megfelelő CPCI-mennyiségek alapján számoltuk a bentonit szerves ioncserekapacitását.

\* A vizsgálatokat N á r a y - S z a b ó István és P é t e r Tiborné végezték, amiért e helyen is őszinte hálánkat fejezzük ki.

A konduktometrikus titrálást az előbbiekkal azonos koncentrációviszonyok között végeztük. A konduktometrikus titrálási görbék töréspontjának megfelelő CPCL-mennyiségeket fogadtuk el a nátrium-bentonitok szerves ioncserkapacitásának.

Irodalmi adatok és saját korábbi vizsgálataink szerint a bentonitok ioncserkapacitásuknál nagyobb mennyiségű CPCL-ot is képesek megkötni ekvivalens (molekuláris) adszorpcióval. Nem túlságosan nagy CPCL-mennyiségeknek (mintegy 80–120 mekv/100 g száraz bentonit) ez az adszorpció is gyakorlatilag teljes, az oldat egyensúlyi töménysége CP-ionokra nézve nagyon kicsiny (0,01% alatti), tehát praktikusán nulla.

#### 4. A z organofil bentonitminták leválasztása, szűrése, mosása és szárítása

Az organofil bentonitminták leválasztását 0,3–0,5% szuszpenzióból szobahőmérsékleten végeztük 1%-os CPCL-oldattal. Néhány órás állás után szűrőpapíron szűrtük, desztillált vízzel mostuk, 100°-on megszáritottuk és DIN 100-as szitafinomságúra öröltük.

#### 5. A z üledéktérfogat meghatározása

Az üledéktérfogat-méréseket azonos keresztmetszetű, 0,1 ml beosztású üveg dugós kémcsövekben végeztük. A kémcsövekbe 10 ml benzolt mérünk be és ebben szuszpendáltuk a 4 óra hosszat 120°-on szárított és még forró 0,5 g organofil bentonitot. A szuszpenziókat mindaddig ülepedni hagytuk, amíg kialakult az állandó üledéktérfogat. A szuszpendálást és az ülepitést többször megismételtük.

#### 6. A z ülepedési sebesség meghatározása

Az üledéktérfogat észlelése után az üledéket erőteljes rázással szuszpendáltuk és meghatároztuk az ülepedő szuszpenzió határfelületének időbeli elmozdulását. Ennek ismeretében meghatároztuk a szuszpenziók ülepedési sebességét.

#### 7. A z organofil bentonitszuszpenziók belső súrlódásának meghatározása

Az ülepedési sebesség vizsgálata után meghatároztuk a benzolos organofil bentonitszuszpenziók kifolyási idejét Ostwald-féle kapilláris viszkoziméterben, és a benzol kifolyási idejének ismeretében kiszámítottuk a szuszpenziók relatív belső sűrűdését.

#### 8. A tixotróp koncentráció meghatározása

A szuszpenziók tixotróp koncentrációjának meghatározását 11,3 mm átmérőjű 0,1 ml-es beosztású üveg dugós kémcsövekben végeztük. A kémcsövekbe 5 ml benzolt mérünk és kis részletekben (kb. 0,05 g-os mennyiségekben) hozzáadagoltuk a vizsgálandó légszáraz organofil bentonitot. Végül elértünk egy olyan szuszpenziókoncentrációhoz, amelyen — összerázás és egy perces állás után — a kémcső függőleges megfordításakor a szuszpenzió már nem folyt le a kémcső falán. Ez a kritikus szuszpenziókoncentráció az ún. „tixotróp koncentráció”.

### Kísérleti eredmények

Az istenmezejei és a nagytétényi szódázott bentonitokból centrifugálással nyert nagy diszperzitásfokú frakciók mennyiségét a II. táblázat mutatja. A táblázat adataiból kitűnik, hogy az istenmezejei minták dezaggregációja, ill. peptizációja lényegesen nagyobb mértékű, mint a nagytétényi mintáké.

A centrifugálással elválasztott finom frakciók mennyisége

Quantities of fine fractions separated by centrifuging

II. táblázat — Table II

Minta	Frakció-mennyiség, %
Roszküttetői sárga .....	55
Roszküttetői válogatott .....	59
Nagytétényi homokos .....	38
Nagytétényi kagylós .....	50

Mivel az organofil bentonit előállítása szempontjából igen fontos a bentonitok szerves ioncserekapacitása, további vizsgálataink elsősorban az optimális mennyiségű (5%) szóddával kezelt mintákból nyert szuszpenziók koaguláló-értékeinek meghatározására irányultak. A különböző módszerekkel kapott koaguláló-értékek csak egészen kis szórást mutattak (S z á n t ó és munkatársai, 1967). A mérési eredmények átlagát a III. táblázatban foglaltuk össze.

A centrifugálással elválasztott finom frakciók koaguláló-értéke (szerves ioncserekapacitás)

Coagulation value (organic ion exchange capacity) of fine fractions separated by centrifuging

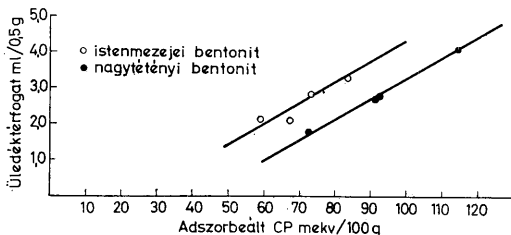
III. táblázat — Table III

Minta	Koaguláló-érték	
	CPCl g/100 g	CPCl mekv/100 g
Roszkúttetői sárga .....	26,1	73,0
Roszkúttetői válogatott .....	25,4	71,0
Nagytétényi homokos .....	27,8	77,5
Nagytétényi kagylós .....	28,6	80,0

Ezek a kísérleti adatok azt mutatják, hogy a finom szuszpenziók koaguláló-értéke csak kismértékben változik a minta lelőhelye és minősége szerint, s az istennezejei minták szerves ioncserekapacitása valamivel kisebb, mint a nagytétényi mintáké.

Abból a célból, hogy megvizsgáljuk az adszorbeált szerves kation mennyiségének hatását az organofil termékek tulajdonságaira, a finom szuszpenziókból két-két különböző CP-tartalmú organofil mintát készítettünk.

Mínt hogy az organofil bentonitok minősítése és felhasználása szempontjából alapvető jelentőségű az apoláris szerves folyadékokban (pl. benzolban) való dűzzadó-képesség, először ilyen irányú vizsgálatokat végeztünk. A dűzzadás mértékéül — amint azt J o r d a n (1949, 1950) teszi — az üledéktérfogatot tekintettük. A szerves kationnal különböző mértékben telített minták benzolban mért üledéktérfogat-értékeit a IV. táblázatban foglaltuk össze. Ugyanezeket a kísérleti eredményeket mutatja az 1. ábra. A táblázat adataiból és az ábrából kitűnik, hogy az ugyanazon lelőhelyről származó bentonitokból előállított organofil termékeknél egyértelmű összefüggés van a benzolban



1. ábra. Az üledéktérfogat változása az adszorbeált szerves kation mennyiségének függvényében  
Fig. 1. Variation of the sediment volume as a function of the amount of adsorbed organic cations

mért üledéktérfogat nagysága és a szerves kationfelvétel között: az adszorbeált CP mennyiségének növelésével lineárisan nő a minták üledéktérfogata az általunk vizsgált telítettségig tartományban. Kiténik az ábrából az is, hogy az istenmezejei és a nagytétnyi minták „aktíválhatósága” különböző. Ugyanolyan CP-tartalom esetében az istenmezejei minták üledéktérfogata nagyobb, mint a nagytétnyieké.

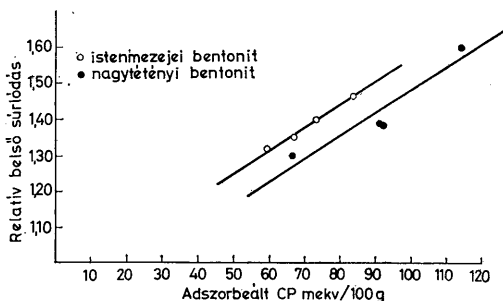
A különböző bentonitokból előállított organofil bentonitminták jellemző tulajdonságai

Characteristics of organophile bentonite samples produced from different bentonites

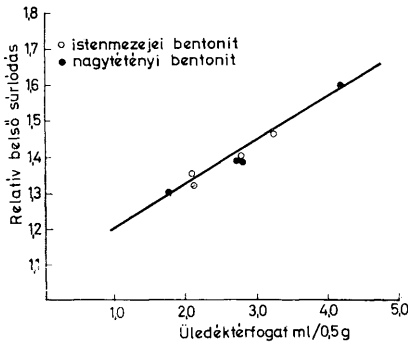
IV. táblázat — Table IV

Minta	Adszorbeált CP mekv/100 g	Üledéktérfogat ml/0,5 g	Relatív belső sűrűdés	Tixotróp konc. g/100 ml	Üledékesi sebesség cm/min
Roszkúttetői sárga .....	59,0	2,15	1,32	19,2	2,5
	73,8	2,80	1,40	15,4	1,3
Roszkúttetői válogatott ...	67,2	2,10	1,35	18,7	2,1
	84,0	3,25	1,46	15,4	1,1
Nagytétnyi homokos .....	73,2	1,75	1,30	24,9	3,3
	91,5	2,70	1,39	16,4	1,4
Nagytétnyi kagylós .....	91,8	2,80	1,38	17,7	1,4
	114,8	4,15	1,60	12,0	0,7

Teljesen hasonló viszonyokat találunk, ha a benzolos szuszpenziók belső sűrűdését vizsgáljuk. A kísérleti adatok (IV. táblázat és 2. ábra) ebben az esetben is két egyenes mentén helyezkednek el: az egyik egyenesre az istenmezejei, a másik egyenesre pedig a nagytétnyi minták belső sűrűdés-értékei esnek. Az organofil bentonitsuszpenziók relatív belső sűrűdése — az üledéktérfogathoz hasonlóan — annál nagyobb, minél nagyobb a bentonit CP-tartalma. Ezek az eredmények amellet szólnak, hogy a szuszpenziók üledéktérfogata és belső sűrűdése párhuzamosan változik, s így az üledéktérfogat mellett a szuszpenziók relatív belső sűrűdésével is jellemezhetjük az organofil bentonitok



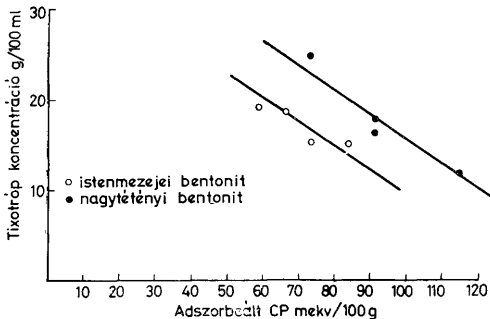
2. ábra. A relatív belső sűrűdés változása az adszorbeált szerves kation mennyiségének függvényében  
Fig. 2. Variation of the relative inner friction as a function of the amount of adsorbed organic cations



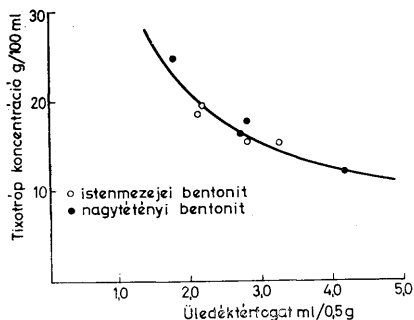
3. ábra. A relatív belső súrlódás változása az üledéktérfogat függvényében  
 Fig. 3. Variation of the relative inner friction as a function of sediment volume

duzzadóképeségét. Szépen megmutatkozik ez a párhuzamosság a 3. ábrán, ahol a benzo-  
 los szuszpenziók relatív belső súrlódását az üledéktérfogat függvényében ábráztuk.

A fentebb bemutatott kísérleti adatok alapján várható, hogy az ún. tixotróp  
 koncentráció is nagymértékben változik a minta CP-tartalmával. Az idevonatkozó kísér-  
 leti adatok (IV. táblázat és 4. ábra) azt mutatják, hogy az adszorbeált mennyiség növe-  
 lésével csökken a benzo-los szuszpenziók tixotróp koncentrációja, tehát antiparallel változ-  
 zik az üledéktérfogattal (5. ábra) és a belső súrlódással, annak megfelelően, hogy növekvő  
 CP-tartalommal nő a duzzadóképeség. Az istenmezejei és a nagy-tétényi minták közötti  
 különbség ebben az esetben is megmutatkozik.

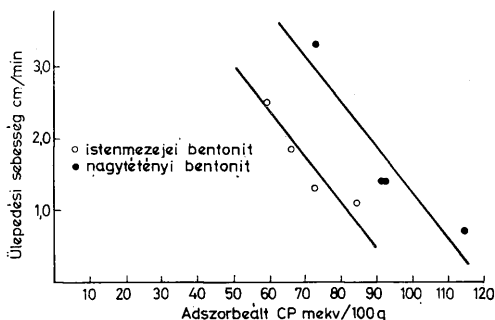


4. ábra. A tixotróp koncentráció változása az adszorbeált szerves kation mennyiségének függvényében  
 Fig. 4. Variation of tixotropic concentration as a function of the amount of adsorbed organic cations

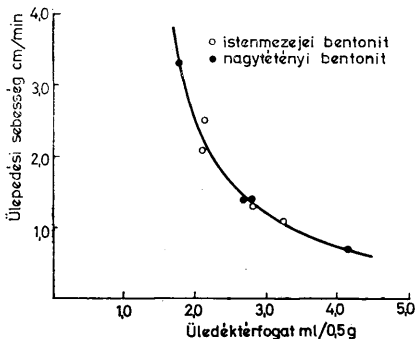


5. ábra. A tixotrop koncentráció változása az üledéktérfogat függvényében  
 Fig. 5. Variation of tixotropic concentration as a function of sediment volume

A duzzadóképeséget a fentiekén kívül jellemezhetjük még a benzolos szuszpenziók ülepedési sebességével is. Az ülepedési sebességet úgy határoztuk meg, hogy az ülepedési görbe kezdeti és végső közel lineáris szakaszát meghosszabbítottuk és a két egyenes metszéspontjához tartozó ordináta- és abszcissa-értékek hányadosát képeztük. Az ilyen módon nyert eredményeket a IV. táblázatban és a 6. ábrán foglaltuk össze. Ezek a kísérleti eredmények azt mutatják, hogy a benzolos szuszpenziók ülepedési sebessége — hasonlóan a tixotrop koncentrációhoz — csökken az adszorbeált CP mennyiségének növekedésével. A 7., 8. ábrából kitűnik, hogy egyértelmű összefüggés van az ülepedési sebesség és az üledéktérfogat, valamint az ülepedési sebesség és a tixotrop koncentráció között: az ülepedési sebesség — amint az várható is — csökken az üledéktérfogat és nő a tixotrop koncentráció növekedésével, annak megfelelően, hogy a duzzadóképeség növekedésével



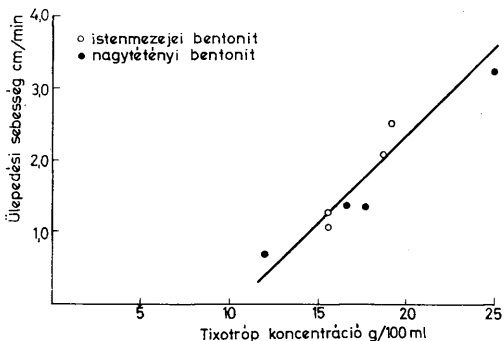
6. ábra. Az ülepedési sebesség változása az adszorbeált szerves kation mennyiségének függvényében  
 Fig. 6. Variation of the rate of deposition as a function of the amount of adsorbed organic cations



7. ábra. Az ülepedési sebesség változása az üledéktérfogat függvényében  
Fig. 7. Variation of the rate of deposition as a function of sediment volume

nő a benzolos szuszpenziók stabilitása. Ez a kísérleti tény mellett szól, hogy az üledéktérfogat, a belső sűrűlés és a tixotróp koncentráció mellett a benzolos szuszpenziók ülepedési sebességével is jellemezhetjük az organofil bentonitok duzzadókéességét.

A bemutatott kísérleti eredmények alapján látható, hogy az adszorbeált szerves kation mennyiségével nő az organofilitás mértéke és ezzel párhuzamosan növekszik a duzzadás és a dezagregáció apoláris közegben. Ez kifejezésre jut egyfelől az üledéktérfogat és a belső sűrűlés növekedésében, másfelől az ülepedési sebesség és a tixotróp koncentráció csökkenésében. A fenti tulajdonságok vizsgálata tehát lehetővé teszi az organofil bentonitok minőségének megbízható jellemzését.



8. ábra. Az ülepedési sebesség változása a tixotróp koncentráció függvényében  
Fig. 8. Variation of the rate of deposition as a function of tixotropic concentration



## IRODALOM — REFERENCES

- Barrer, R. M.—MacLeod, D. M. (1955): Activation of montmorillonite by ion-exchange and sorption complexes of tetra-alkyl ammonium montmorillonites. *Trans. Faraday Soc.* 51, 1290. — Berger, G. (1941): *Chem. Weekblad* 38, 42. Cit. Gentili, R. (1957): Organische Derivate des Montmorillonits. *Disszertáció, Zürich.* — Cowan, C. T.—White, D. (1958): The mechanism of exchange reactions occurring between sodium montmorillonite and various n-primary aliphatic amine salts. *Trans. Faraday Soc.* 54, 691. — Deuel, H.—Huber, D.—Günthard, H. H. (1952): Organische Derivate von Tonmineralien. Untersuchungen an Phenylmontmorilloniten. *Helv. Chim. Acta* 35, 1799. — Deuel, H.—Huber, G.—Iberg, R. (1950): Organische Derivate von Tonmineralien. *Helv. Chim. Acta* 33, 1229. — Deuel, H.—Iberg, R. (1953): Organische Derivate von Tonmineralien. Differentialthermoanalyse von Phenylmontmorillonit. *Helv. Chim. Acta* 36, 808. — Deuel, H. (1951): Organische Derivate von Tonmineralien. *Kolloid-Z.* 124, 164. — Erbring, H.—Lehman, H. (1944): Austauschreaktionen an Na-Bentoniten mit grossvolumigen organischen Kolloidionen. *Kolloid-Z.* 107, 201. — Gentili, R.—Deuel, H. (1957): Organische Derivate von Tonmineralien. Abbau von Phenylmontmorillonit. *Helv. Chim. Acta* 40, 106. — Gentili, R. (1957): Organische Derivate des Montmorillonits. *Disszertáció, Zürich.* — Granquist, W. T.—McAtee, J. L. Jr. (1963): The gelation of hydrocarbons by montmorillonite organic complexes. The role of the dispersant. *J. Colloid Sci.* 18, 409. — Greenland, D. J.—Quirk, J. P. (1962): Adsorption of 1-n-alkyl pyridinium bromides by montmorillonite. *Clays and Clay Minerals*, 9. kötet, Pergamon Press, New York, 484. — Губович, Н. В.—Овчаренко, Ф. Д. (1963): Образование органического монтмориллонита при ионом обмене. *Коллоидный Журнал* XXV, 407. — Hendricks, S. B. (1941): Base-exchange of the clay mineral montmorillonite for organic cations and its dependence upon adsorption due to van der Waals' forces. *J. Phys. Chem.* 45, 65. — Jordan, J. W. (1949): Organophilic bentonites. I. Swelling in organic liquids. *J. Phys. and Colloid Chem.* 53, 294. — Jordan, J. W.—Hook, B. J.—Finlayson, C. M. (1952): Organophilic bentonites. II. Organic liquid gels. *J. Phys. Chem.* 54, 1196. — Jordan, J. W.—Williams, F. J. (1954): Organophilic Bentonites. III. Inherent Properties. *Kolloid-Z.* 137, 40. — Jordan, J. W. (1963): Organophilic clay-base thickeners. *Clays and Clay Minerals*, 10. kötet, Pergamon Press, New York, 299. — McAtee, J. L. Jr. (1959): Inorganic-organic cation exchange on montmorillonite. *Amer. Min.* 44, 1230. — McAtee, J. L. Jr. (1962): Cation exchange of organic compounds on montmorillonite in organic media. *Clays and Clay Minerals*, 9. kötet, Pergamon Press, New York, 444. — Mukherjee, H. (1955): *Naturwiss.* 42, 412. Cit. Gentili, R. (1957): Organische Derivate des Montmorillonits. *Disszertáció, Zürich.* — Nahin, P. G. (1963): Perspectives in applied organo-clay chemistry. *Clays and Clay Minerals*, 10. kötet, Pergamon Press, New York, 257. — Slabaugh, W. H. (1952): The synthesis of organo-bentonite anhydrides. *J. Phys. Chem.* 56, 748. — Slabaugh, W. H.—Kupka, F. (1958): Organic cation exchange properties of calcium montmorillonite. *J. Phys. Chem.* 62, 599. — Smith, C. R. (1934): Base-exchange reactions of bentonite and salts of organic bases. *J. Amer. Chem. Soc.* 56, 1561. — Szántó F.—Várkonyi B.—Csónka L.—Szerecz J. (1959): Organofil bentonitok előállítása és ipari felhasználása. *M. Kém. L.* 14, 386. — Szántó, F.—Veres, S. (1962): Über die Stabilität und strukturelle Eigenschaften der Organosuspensionen. I. Sedimentation organophiler Bentonitsuspensionen in reinen organischen Flüssigkeiten. *Acta Phys. et Chem. Szeged*, 8, 151. — Szántó, F.—Veres, S. (1963): Stability and structural properties of organosuspensions. II. Stability of organophilic bentonite suspensions in mixtures of apolar and polar liquids. *Acta Phys. et Chem. Szeged*, 9, 157. — Szántó, F.—Várkonyi, B.—Gilde, M.—Balázs, J. (1967): Über einige Kolloidchemischen Eigenschaften von ungarischen Bentoniten. II. Ionenaustauschkapazität und organische Kationenaufnahme der Fraktionen. *Acta Phys. et Chem. Szeged*, 13, 131. — van Olphen, H. (1951): A tentative method for the determination of the base exchange capacity of small samples of clay minerals. *Clay Minerals Bulletin* 1, 169. — Weiss, A. (1963): Mica-type layer silicates with alkylammonium ions. *Clays and Clay Minerals*, 10. kötet, Pergamon Press, New York, 191.

## Production and Testing of Organophile Bentonites

Dr. B. VÁRKONYI AND Dr. F. SZÁNTÓ

The authors carried out experiments for the production of organophile bentonites from Hungarian bentonites. Raw materials of the experiments were the Istenmezeje bentonites of great montmorillonite content (yellow bentonite from Rosszküttető and selected bentonite from the same locality) as well as the Nagytétény bentonites (sandy and shelly). The mineralogical composition of the yellow sample from Rosszküttető and of the shelly sample from Nagytétény determined by X-ray analysis is shown by Table I.

The humid samples were evaporated by 5% sodium carbonate (percentage referred to dry bentonite) and aqueous suspensions of 1% were produced, then the suspensions were being settled and centrifuged. The percentages of the fractions of a high degree of dispersity, separated from various bentonites by centrifuging, are presented in Table II.

If a quaternary ammonium salt containing a long apolar group (e.g. cetyl-pyridinium-chloride (CPCl)), is added to the suspensions mostly containing sodium—montmorillonite the anorganic ions of exchangeable position of the montmorillonite can be

exchanged by large organic ions. As a result of the ionic exchange the surface of the minute montmorillonite crystals becomes apolar and the suspension coagulates.

The quantity of CPCl, under the effect of which the bentonite suspension will completely coagulate, may be called coagulation value, since it characterizes the bentonite and expresses its organic ion exchange capacity. The determination of the coagulation value can be performed in various ways. It can be done, e.g. by simple titration, when under the effect of increasing CPCl the opalescing bentonite suspension gradually coagulates at the final point a coarse coagulum is formed and the dispersion medium becomes completely pure, devoid of turbulence (van Olphen 1951). The methods of potentiometric and conductometric titration (Gudovich and Ovcharenko 1963) may also be applied.

The authors determined the coagulation value (ionic exchange capacity) by all three of the above methods. The results are shown by Table III. The experimental results indicate that the coagulation values of the centrifuged suspensions of the examined bentonites vary between 70 and 80 milliequivalents/100 grams of bentonite, while the organic ionic exchange capacity of the Istenmezeje samples is somewhat lower than that of the Nagytétény samples.

From the high-dispersity bentonite suspensions of organic ionic exchange capacity, by adding CPCl organophile samples of different CP content were produced and their behaviour in benzol examined. Since the industrial utilization of organophile bentonites depends primarily on the degree of their swelling (expansion) and desaggregation in apolar liquids, first of all the sediment volume as a characteristic feature of the benzolic suspensions was determined.

In addition, the inner friction and the rate of deposition of the benzolic suspensions as well as the so-called tixotropic concentration, characterizing the liability to tixotropy, were also determined. The results are shown by Table IV and Figs. 1 to 8.

It is evident from Table IV. and Figs. 1–8 that the sediment volume and inner friction of the organophile bentonite suspensions increase with an increasing amount of adsorbed organic cations, while their rate of deposition and tixotropic concentration decrease. It is also conspicuous that the activation of the Istenmezeje and Nagytétény samples are different.

The results of the experiments have been interpreted by the variation of the degree of organophilicity, as well as by an increase of the degree of expansion and desaggregation. The sediment volume and the inner friction of the suspensions as well as the tixotropic concentration and the rate of deposition change parallel with each other, while the rate of deposition and the tixotropic concentration show an antiparallel variation. This corresponds to the fact that in case of increasing expansion and inner friction the sediment volume and inner friction of the suspensions increase, while their rate of deposition and tixotropic concentration decrease.