



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM GEOLOGIA E GEOQUÍMICA**

---

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDRÓXIDOS DUPLOS  
LAMELARES PARA USO NO TRATAMENTO DE ÁGUAS  
CONTAMINADAS POR METAIS PESADOS**

**Dissertação apresentada por:**

**REINALDO JOSÉ DE AGUIAR GRANA**

---

**BELÉM  
2009**

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação(CIP)  
Biblioteca Geólogo Raimundo Montenegro Garcia de Montalvão

---

G748s Grana, Reinaldo José de Aguiar  
Síntese e caracterização de hidróxidos duplos lamelares  
para uso no tratamento de águas contaminadas por metais  
pesados / Reinaldo José de Aguiar Grana – 2009  
xi, 85f. : il.

Dissertação (Mestrado em Geoquímica) – Programa de  
Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Instituto de  
Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém, 2009.  
Orientador: José Augusto Martins Corrêa.

1. Síntese inorgânica. 2. Adsorção. 3. Metais pesados. I.  
Universidade Federal do Pará. II. Corrêa, José Augusto  
Martins, *orient.* III. Título.

CDD 22. ed.: 541.39

---



**Universidade Federal do Pará**  
**Instituto de Geociências**  
**Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDRÓXIDOS  
DUPLOS LAMELARES PARA USO NO TRATAMENTO DE  
ÁGUAS CONTAMINADAS POR METAIS PESADOS**

DISSERTAÇÃO APRESENTADA POR

**REINALDO JOSÉ DE AGUIAR GRANA**

Como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em  
Ciências na Área de GEOQUÍMICA E PETROLOGIA.

Data de Aprovação: **25/03/2009**

**Comitê de Dissertação:**

  
\_\_\_\_\_  
DR. JOSÉ AUGUSTO MARTINS CORRÊA (UFPA)  
(Orientador)

  
\_\_\_\_\_  
DR<sup>a</sup> ELIZABETH MARIA S. RODRIGUES (UFPA)  
(Membro)

  
\_\_\_\_\_  
DR. ROBERTO DE FREITAS NEVES (UFPA)  
(Membro)

Belém

## RESUMO

Hidróxidos duplos lamelares (HDLs) são compostos sintéticos obtidos através do método da co-precipitação com estrutura mineralógica semelhante ao mineral hidrotalcita. Os HDLs apresentam camadas octaédricas contendo combinações de um ou mais metais bivalentes e trivalente por meio de substituição isomórfica e um espaço interlamelar contendo moléculas de água e um ou mais ânions intercalados. Nesse trabalho foram sintetizados pelo método de coprecipitação a pH variável. HDLs contendo íons  $Mg^{2+}$  e  $Al^{3+}$  com o ânion cloreto intercalado. Foram utilizadas razões molares entre os metais bi e trivalentes de (2,0), (2,5) e (3,0). Após as sínteses, as amostras foram tratadas hidrotermicamente a  $100^{\circ}C$  e a  $80^{\circ}C$  para avaliar o efeito da temperatura sobre a estrutura e morfologia dos HDLs sintetizados. A caracterização dos novos compostos foi feita através da difração de raios-x que permitiu calcular os valores de espaçamentos basais entre 7,68 a 7,79, valores esses compatíveis com os existentes nas hidrotalcitas naturais. As análises termogravimétricas mostraram que os HDLs sintéticos apresentam duas etapas de decomposição, interpretadas como relativas as perdas de água do espaço interlamelar e de desidroxilação da camada principal. Todas os compostos sintéticos mostraram semelhanças no comportamento térmico. As análises por espectroscopia na faixa do infravermelho mostraram vibrações de absorção na faixa de região  $3477-3500\text{ cm}^{-1}$  e  $1369\text{ cm}^{-1}$ , interpretada aqui como sendo hidroxila e água intercalada respectivamente. As áreas superficiais das amostras sintetizadas foram obtidas através do método BET e variaram de 16,48 a  $24,13\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ . Os diâmetros médios dos poros foram determinados pelo método BJH e permitiram caracterizar os HDLs sintéticos como mesoporosos segundo a classificação adotada pela IUPAC. Os parâmetros da cela unitária foram calculados através da equação de Debye-Scherrer, utilizando os espaçamentos basais das reflexões (006) e (110) obtidos dos difratogramas com valores para “*a*” variando de 3,04 a 3,05 Å e “*c*” variando de 22,96 a 23,33Å. A morfologia dos cristais e a distribuição de seus poros foram determinadas por microscopia eletrônica de varredura, que mostram imagens de cristais com hábito semelhante aos argilominerais, formando pequenas placas pseudo-hexagonais com tamanho médio entre 0,5 a 1,0  $\mu\text{m}$ , que se agrupam. Para avaliar a

aplicação desses compostos no tratamento de águas contaminadas por metais pesados, foram realizados testes e adsorção para os metais Cu e Pb e os resultados mostraram uma elevada taxa de adsorção, comprovando a eficiência do HDL para a remoção de íons metálicos solúveis em água.

Palavras- chave: Síntese Inorgânica, Adsorção, Metais pesados

## ABSTRACT

Layered double hydroxides (LDHs) are synthetic compounds obtained by the coprecipitation method with mineralogical structure similar to the mineral hydroxide. The LDHs presents octahedral layers containing combinations of one or more bivalent and trivalent metals by means of isomorphic substitution and a interlayer space containing water molecules and one or more anions intercalated. In this work the LDHs were synthesized by the coprecipitation method at variable pH. LDHs containing ions  $Mg^{2+}$  and  $Al^{3+}$  with the chloride anion intercalated. Molar ratios were used between di- and trivalent metals of (2,0), (2,5) and (3,0). After the syntheses, the samples were hydrothermally treated at 100°C and 80°C to evaluate the temperature effect on the structure and morphology of synthesized LDHs. The new compounds characterization was made by the X ray diffraction that allowed to calculate the values of basal spacing between 7,68 to 7,79, values compatible with the existent in the natural hydroxides. The thermogravimetric analyses showed that synthetic LDHs presents two decomposition stages, interpreted as the losses of water of the interlayer space and removal of hydroxyl groups of the main layer. All the synthetic compounds showed similarity in the thermal behavior. The infrared spectroscopy analyses showed absorption vibrations at around 3477-3500  $cm^{-1}$  and 1369 $cm^{-1}$ , interpreted as being hydroxyl and intercalated water respectively. The superficial areas of the synthesized samples were obtained by BET method and they varied from 16,48 to 24,13  $m^2.g^{-1}$ . The main diameters of the pores were obtained by BJH method and they allowed to characterize the synthetic LDHs as mesopores according the classification adopted by IUPAC. The unitary cell parameters were calculated by the Debye-Scherrer equation, using the basal spacing of the reflections (006) and (110) obtained from diffractograms with values for "a " varying from 3,04 to 3,05 Å and " c " varying from 22,96 to 23,33Å. The crystals morphology crystals and the pore distribution were obtained by scanning electron micrographs, that show images of crystals similar to the clayminerals, forming small pseudo-hexagonal plates with main size between 0,5 to 1,0  $\mu m$ , that to group. To evaluate the application of those compounds in the wastewater treatment contaminated by heavy metals, adsorption tests were made for the Cu and Pb metals and the results

showed a high adsorption rate, confirming the efficiency of HDL for the metallic ions removal in the water.

Key-Words: Inorganic Synthese, Adsorption, Heavy Metals