



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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 579

**DIFERENCIAÇÃO CATIONICA DE BENTONITAS POR
INFRAVERMELHO: UM ESTUDO DOS EFEITOS DA
HIDRATAÇÃO DOS CÁTIOS TROCÁVEIS**

Dissertação apresentada por:

ANDRÉIA OLIVEIRA RODRIGUES

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Simone Patrícia Aranha da Paz (UFPA)

**BELÉM-PARÁ
2020**

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo (a) autor (a)**

R696d Rodrigues, Andréia Oliveira

Diferenciação catiônica de bentonitas por infravermelho: um estudo dos efeitos da hidratação dos cátions trocáveis / Andréia Oliveira Rodrigues. - 2020.

xv, 63 f.: il. color.

Orientadora: Prof^a. Dra. Simone Patrícia Aranha da Paz

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém, 2020.

1. Bentonita. 2. Diferenciação catiônica. 3. Hidratação. 4. Infravermelho.
I. Título.



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

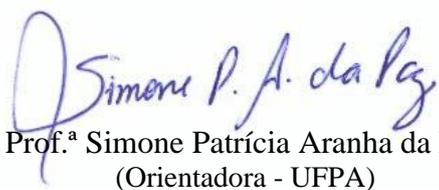
**DIFERENCIAÇÃO CATIÔNICA DE BENTONITAS POR
INFRAVERMELHO: UM ESTUDO DOS EFEITOS DA
HIDRATAÇÃO DOS CÁTIOS TROCÁVEIS**

Dissertação apresentada por
ANDRÉIA OLIVEIRA RODRIGUES

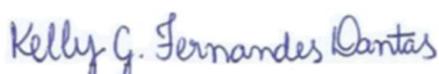
**Como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de
GEOQUÍMICA E PETROLOGIA e Linha de Pesquisa Mineralogia e Geoquímica.**

Data de Aprovação: 13 / 04 / 2020

Banca Examinadora:


Prof.^a Simone Patrícia Aranha da Paz
(Orientadora - UFPA)


Prof.^a Carina Ulsen
(Membro - USP)


Prof.^a Kelly das Graças Fernandes Dantas
(Membro - UFPA)

AGRADECIMENTOS

A Deus, primeiramente, por me conceder a graça de realizar este sonho, e principalmente por sempre está presente nos momentos mais difíceis me dando força para superar todas as dificuldades.

A minha mãe, Maria Raimunda, pelo apoio incondicional, por acreditar na minha capacidade, pelo amor e carinhos ofertados a mim. Sou muito grata por entender que cada sacrifício enfrentado, cada lágrima derramada, cada noite mal dormida até que enfim valeram a pena.

A todos os meus familiares, em especial aos meus irmãos, Adriana, Adriely, Arthur e Arthêmio, por todo amor, suporte e paciência.

Ao meu namorado, Caique Scerni, pelo amor, paciência e por estar sempre ao meu lado, principalmente nos momentos mais adversos.

À professora Simone Paz, que sempre estava disposta a me ensinar, orientar e a me corrigir com bastante paciência e sabedoria. Seus ensinamentos e conselhos foram de grandíssima importância para o desenvolvimento e conclusão desta pesquisa. Deixo aqui minha eterna gratidão e admiração pela profissional e pessoa que você é.

Ao professor Rômulo Simões Angélica, pela grande oportunidade em fazer parte do grupo LCM, pelos ensinamentos, oportunidade de crescimento profissional, confiança depositada e principalmente pelo exemplo de profissionalismo.

A minha querida amiga Bruna Gomes, pela amizade, pelos conselhos, pelas longas conversas; por ter aberto as portas de sua casa quando eu precisei; por estar sempre comigo; por ter me apresentado para a professora Simone e para o professor Rômulo. A considero como irmã.

Ao Alan Albuquerque, Alexandre Máximo, Caio Melo pela indispensável ajuda nos momentos que eu precisei, pelas conversas, pelas risadas e amizade.

Ao Paulo Victor, pela disponibilidade e ajuda nas inúmeras amostras para análise de FTIR, pelas conversas, pelas risadas e amizade.

Ao Daniel, pela ajuda nos experimentos de Análise Térmica.

Ao Aldemir, pelos momentos de descontração quando me chama de “Formosinha”, pela amizade, pelas risadas e indispensável ajuda na análise de DRX.

Ao Mauricio, Higor, Alcineide, Rebeca, pela grande ajuda no laboratório nos momentos que eu precisei.

Aos meus colegas da turma de mestrado que tive o prazer de conhecê-los. Em especial ao David, por toda ajuda e motivação nos momentos que eu mais precisei.

A todos os meus colegas do Laboratório de Caracterização Mineral (LCM) que me ajudaram direta e indiretamente no meu trabalho.

A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica (PPGG), com os quais tive o prazer de adquirir novos conhecimentos.

A secretaria, nas pessoas de Cleida e Joanicy pela eficiência nas informações das atividades do PPGG.

A biblioteca do Instituto de Geociências da UFPA, na pessoa de Lúcia Imbiriba pela eficiência nas informações das Normas do PPGG.

Ao Laboratório de Sedimentologia-IG (UFPA), sob a coordenação do professor Afonso Nogueira. Ao técnico Everaldo Cunha, pela disponibilidade em usar a centrífuga diversas vezes.

Ao Laboratório de Análises Químicas-IG (UFPA), sob a coordenação do professor José Augusto Martins. Em especial ao Natalino pela disponibilidade em compartilhar conhecimento.

Ao ISI-TM, nas pessoas de Adriano Lucheta, Patrícia Magalhães, Andre do Carmo e Fernando Gomes pelo acolhimento e disponibilidade para realização da análise de DTP.

A Universidade Federal do Pará e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq por tornarem possível a realização desse projeto.

E a todos que, embora não citados, de uma forma ou outra contribuíram com este trabalho.

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

José de Alencar

RESUMO

Na indústria de bentonita, o procedimento mais usual no controle de qualidade do minério e do processo de ativação sódica é o método de inchamento. Porém, esta ferramenta restringe-se apenas à diferenciação do tipo sódica e não-sódica, não contemplando as demais variedades catiônicas. A análise de composição dos cátions trocáveis requer procedimentos laboriosos, com trocas catiônicas diárias (entre 3 a 6 dias) e análises químicas Via Úmida, o que seria inviável para este tipo de indústria. Apesar disso, o conhecimento do tipo catiônico é de suma importância, pois ajudaria na implementação de uma rota tecnológica de melhor qualidade e rendimento da ativação sódica. Nesse contexto, este trabalho buscou estabelecer parâmetros de diferenciação catiônica de bentonitas com base na espectroscopia de infravermelho próximo e médio para a investigação da hidratação dos cátions trocáveis. Empregaram-se também distribuição de tamanho de partícula (DTP) e isotermas de adsorção-dessorção N₂. Foram estudadas onze esmectitas, incluindo uma Mg-montmorillonita e duas do repositório da Clay Minerals Society: SWy-2 (Na-montmorillonita) e SAz-1 (Ca-montmorillonita). A fração argila obtida pela separação granulométrica foi caracterizada por FRX, DRX, CTC e PCZ. Tratamento térmico prévio por secagem a 105 °C por 24 h e desidratação a 400 °C por 2 h. Os cátions trocáveis e a hidratação influenciaram as bandas de absorção das moléculas de água na região espectral de infravermelho próximo e médio mostrando que estas são fortemente influenciadas pelo tamanho e carga dos íons (monovalentes e divalentes). Foi observada a diferenciação catiônica pela intensidade destas bandas. Absorções próximas a 3620 cm⁻¹ foram atribuídas à água ligada diretamente aos cátions, no entanto, a diferenciação só foi possível nas amostras secas a 105 °C, pois nesta temperatura ainda permanecem hidratados. A redução na intensidade desta banda deve-se a diminuição do teor de água, devido a desidratação da intercamada após aquecimento a 400 °C, o que não favorece a diferenciação. As absorções próximas de 3430 cm⁻¹ foram atribuídas as moléculas de água adsorvida, assim como a banda complexa em 7072 cm⁻¹, obtendo-se um espectro, em ordem decrescente, Ca, Mg e Na. A espectroscopia DRIFT na região próximo foi considerada uma técnica simples, rápida e de baixo custo de análise que permitiu distinguir diferentes tipos de bentonitas.

Palavras-chave: Bentonita. Infravermelho. Tipo catiônico. Hidratação.

ABSTRACT

In the bentonite industry, the most common procedure for quality control of the ore and the sodium activation process is the swelling method. However, this tool is restricted only to the differentiation of the sodium and non-sodium types, not considering the other cationic varieties. The analysis of the composition of exchangeable cations requires laborious procedures, with daily cationic exchanges (between 3 and 6 days) and chemical analysis Via Humid, which would be unfeasible for this type of industry. Despite this, knowledge of the cationic type is of paramount importance, as it would help in the implementation of a technological route of better quality and efficiency of sodium activation. In this context, he sought in this work to establish cationic differentiation parameters for bentonites based on near and medium infrared spectroscopy for the investigation of hydration of exchangeable cations. Particle size distribution (DTP) and N₂ BET adsorption-desorption isotherms were also used. Eleven smectites were studied, including one Mg-montmorillonite and two from the Clay Minerals Society repository: SWy-2 (Na-montmorillonite) and SAz-1 (Ca-montmorillonite). The clay fraction obtained by granulometric separation was characterized by FRX, DRX, CTC and PCZ. Previous heat treatment by drying at 105 °C for 24 h and dehydration at 400 °C for 2 h. Exchangeable cations and hydration influenced the absorption bands of water molecules in the near and medium spectral region, showing that they are strongly influenced by the size and charge of the ions (monovalent and divalent). The cationic differentiation was observed by the intensity of these bands. Absorptions close to 3620 cm⁻¹ were attributed to water directly linked to cations, however, differentiation was only possible in samples dried at 105 °C, because at this temperature they still remain hydrated. The reduction in the intensity of this band is due to the decrease in the water content, due to dehydration of the interlayer after heating to 400 °C, which does not favor differentiation. The absorptions close to 3430 cm⁻¹ were attributed to the adsorbed water molecules, as well as the complex band in 7072 cm⁻¹, obtaining a spectrum, in descending order, Ca, Mg and Na. DRIFT spectroscopy in the nearby region was considered a simple, fast and low-cost analysis technique that allowed to distinguish different types of bentonites.

Keywords: Bentonite. Infrared. Cationic type. Hydration.