



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

---

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO Nº 578**

**QUANTIFICAÇÃO MINERALÓGICA DE BENTONITAS VIA  
DRX USANDO UM MÉTODO COMBINADO RIETVELD-LE  
BAIL-PADRÃO INTERNO**

**Dissertação apresentada por:**

**DAVID ENRIQUE VEGA PORRAS**

**Orientador: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> 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)

---

V422q Vega Porras, David Enrique

Quantificação mineralógica de bentonitas via DRX usando um método combinado Rietveld-Le Bail-Padrão Interno / David Enrique Vega Porras. — 2020.

xv, 59 f. : il. color.

Orientador(a): Prof<sup>a</sup>. 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. DRX-método do pó. 3. Método de Rietveld.  
4. Método Le Bail. 5. Método Padrão Interno. I. Título.

CDD 549.18

---



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

# **QUANTIFICAÇÃO MINERALÓGICA DE BENTONITAS VIA DRX USANDO UM MÉTODO COMBINADO RIETVELD-LE BAIL-PADRÃO INTERNO**

**DISSERTAÇÃO APRESENTADA POR:**

**DAVID ENRIQUE VEGA PORRAS**

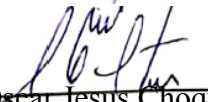
**Como requisito parcial à obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de  
GEOQUÍMICA E PETROLOGIA, Linha de Pesquisa MINERALOGIA E  
GEOQUÍMICA.**

Data de Aprovação: 09 / 04 / 2020

Banca Examinadora:

  
Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Simone Patricia Aranha da Paz  
(Orientadora-UFPA)

  
Prof. Dr. Nilson dos Santos Ferreira  
(Membro-UFS)

  
Prof. Dr. Oscar Jesus Choque Fernandez  
(Membro- IFPA)

Te dedico este trabajo, mi luz, guía  
y protector, ¡lo conseguimos!  
Gracias por enseñarme a soñar en  
grande.

Jorge Enrique Vega Escobar  
(*In memoriam*)

## AGRADECIMENTOS

À minha Família, Lídia (mãe), Pipe (irmão), Nico (irmão) e Enrique (Pai-anjo no céu), pelo infinito amor, compreensão, companhia na distância, exemplo e incondicional apoio para confrontar e superar as vicissitudes da vida.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

À minha Orientadora Simone Paz, pela oportunidade e confiança, permanente apoio e exemplo de excelência.

Ao professor Rômulo Angélica, pelo exemplo de profissionalismo, apoio e atenção dispensada.

À amiga Andreia pela amizade, companheirismo, carinho e incondicional apoio.

À amiga Rose, pela amizade, carinho, conselhos, boas conversas e cafés.

Ao professor Afonso Nogueira por ter me acolhido na chegada ao Brasil e ser meu “pai brasileiro”.

Aos membros do laboratório LCM, minha família de pesquisa.

Aos professores, técnicos, bolsistas e amigos do PPGG em especial a Gisele, pelo apoio e amizade.

A todos os que contribuíram na construção deste trabalho e me acompanharam nesta importante caminhada.

## RESUMO

Tradicionalmente, na indústria da bentonita o principal parâmetro de qualidade do minério é o inchamento, denominando-se naturalmente sódicas as que incham e naturalmente não sódicas as que não incham. No entanto, suas propriedades podem variar significativamente por conta das proporções mineralógicas, teor e tipo catiônico de montmorillonita. O que nem sempre pode ser previsto, pois não se tem um método de quantificação mineralógica consolidado e prático. A opção de quantificar via difratometria de raios X-método do pó pelo método convencional de Rietveld só é confiável quando todas as estruturas cristalinas das fases minerais são conhecidas. Este não é o caso das bentonitas, uma vez que a desordem turbostrática da montmorillonita não é considerada nos modelos estruturais disponíveis, tornando a análise quantitativa um grande desafio. Assim, neste trabalho, aplicando o método combinado Rietveld-Le Bail-Padrão Interno (desenvolvido por Paz *et al.* 2018), foi gerado um modelo *hkl* calibrado para a denominada Mg-montmorillonita Formosa. A montmorillonita foi obtida pela separação da fração argila (< 2 µm) da bentonita Formosa via centrifugação segundo a lei de Stokes. O material foi caracterizado por DRX, FRX, EIV, MEV, EM e DTP, encontrando-se uma baixa concentração de outras fases minerais (impurezas). Segundo os resultados de FRX e EM, trata-se de uma montmorillonita beidellítica com mais do 50 % da carga localizada na folha octaédrica. Resultados quantitativos usando o modelo *hkl* calibrado para a Mg-montmorillonita foram satisfatórios para misturas binárias montmorillonita-fluorita com concentrações de montmorillonita > 50% (índices estatísticos  $\chi^2$  e  $R_{Bragg} < 5$ ). O método foi reproduzível para 3 replicatas da mistura binária montmorillonita-fluorita (80-20%). A baixa variância e reprodutibilidade dos resultados, indica que o modelo *hkl* calibrado pode ser utilizado satisfatoriamente para a quantificação mineralógica de bentonitas (conteúdo de 60-80% de montmorillonita). A rapidez, praticidade e eficiência do método combinado o torna uma boa opção a ser utilizada na indústria, permitindo lidar com fases que dispõem de informações cristalográficas parciais e/ou efeitos difratométricos severos de desordem estrutural, tal como a turbostrática, típica de argilominerais.

**Palavras-chave:** Bentonita. Montmorillonita. DRX-método do pó. Método de Rietveld. Método Le Bail. Método Padrão Interno. Banda de difração.

## ABSTRACT

In the bentonite industry ore quality control has been traditionally carried out using the swelling parameter, denominating those that swell as naturally sodium bentonites and those that do not as naturally non-sodium bentonites. However, the properties of the bentonites can vary due the quantity and cationic type of montmorillonite. These variations cannot always be predicted, because there is no consolidated and practical method for clays mineralogical quantification. A quantification via PXRD using the conventional Rietveld method via X-ray diffractometry is only reliable when all the crystalline structures of the mineral phases are known. This is not the case for bentonites, since the montmorillonite shows turbostratic disorder that is not considered in the available structural models, making it the mineralogical quantification a major challenge. Thus, in this work, was generated a calibrated *hkl* phase model for a so-called Formosa Mg-montmorillonite applying the combined Rietveld-Le Bail-Internal Standard method developed by Paz *et al.* (2018). The montmorillonite was obtained via centrifugation according to the Stokes law by particle size separation of the clay fraction ( $< 2 \mu\text{m}$ ) from the Formosa bentonite. The sample was characterized by XRD, XRF, FTIR, SEM, MS and PSD, finding a low concentration of other mineral phases (impurities). According to the XRF and MS analysis, it is classified as a beidellitic montmorillonite with octahedral charge of  $>50 \%$ . Quantitative results were satisfactory using the *hkl* model for montmorillonite-fluorite binary mixtures with montmorillonite content  $>50 \%$  (statistical indices  $\chi^2$  and  $R_{\text{Bragg}} < 5$ ). The method was reproducible for three replicates of the montmorillonite-fluorite binary mixture (80-20%). The greater precision and reproducibility of the results, shows that the calibrated *hkl* phase model can be used satisfactorily for the mineralogical quantification of bentonites (60-80% montmorillonite content). These results showed that the combined method is a convenient and fast procedure, essential requirements for an industrial application, allowing deal with phases that have partial crystallographic information and handling severe diffractometric effects of structural disorder, such as turbostratic disorder, typical of clay minerals.

**Keywords:** Bentonite. Montmorillonite. Powder X-ray diffraction. Rietveld Method. Le Bail Method. Internal Standard Method. Diffraction band.