

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

**Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de
ferro álcali-ativado com escória de alto forno**

Jessamine Pedroso de Oliveira

Porto Alegre

2022

JESSAMINE PEDROSO DE OLIVEIRA

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE
REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO ÁLCALI-AATIVADO COM
ESCÓRIA DE ALTO FORNO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Sul,
como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em
Engenharia.

Porto Alegre

2022

JESSAMINE PEDROSO DE OLIVEIRA

**ANÁLISE DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE
REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO ÁLCALI-AATIVADO COM
ESCÓRIA DE ALTO FORNO**

Esta dissertação de mestrado foi julgada adequada para a obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA, Área de Concentração Geotecnia, e aprovada em sua forma final pelo professor orientador e pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Porto Alegre, 15 de julho de 2022

Prof. Nilo Cesar Consoli
Ph.D. pela Concórdia University
orientador

Prof. Francisco Dalla Rosa
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande
do Sul.
co-orientador

Prof. Lucas Festugato
Coordenador do PPGEC/UFRGS

BANCA EXAMINADORA

Prof^ª. Sara Rios da Rocha e Silva (U. PORTO)

Dr^ª. pela Universidade do Porto

Prof. Lucas Festugato (UFRGS)

Dr^ª. Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Cesar Alberto Ruver (UFRGS)

Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Andres Mauricio Lotero Caicedo (UFRGS)

Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

*Dedico este trabalho a Deus e a minha família, que me
acompanham nas minhas batalhas e são o alicerce de todo
meu esforço.*

AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, agradeço a Deus, alicerce da minha vida, minha fortaleza e paz, por me guiar durante essa jornada, me dar forças e aconchego, e me mostrar que sou capaz mesmo diante das dificuldades, pois ele está sempre comigo.

À minha mãe Joice, que sempre torce pelas minhas vitórias e acompanha de perto toda minha luta, me dando todo suporte possível para conquistar meus objetivos. Nunca esqueça que você é a base do meu esforço, pois é exemplo de persistência e luta. Ao meu irmão João, que compreendeu minhas ausências e torce muito pelas minhas conquistas, sempre disposto a me ajudar, saiba que estarei sempre contigo. Vocês são tudo para mim, minha família, meu abrigo, amo vocês além da vida! Ao meu pai, agradeço por sempre me ouvir, me aconselhar e ser meu aconchego quando preciso, você sempre será o melhor ombro amigo, amo muito você!

Ao meu namorado Paulo, meu porto seguro e melhor amigo, meu companheiro da vida e maior incentivador de todos meus sonhos, agradeço pela paciência e acima de tudo pela compreensão de toda minha ausência. Pode ter certeza que juntos vamos conquistar todos nossos planos, obrigada mil vezes por tudo que fizeste por mim, estarei sempre aqui por você. Amo você!

Ao meu querido orientador professor Nilo, que acreditou no meu potencial e aceitou este desafio, saiba que é uma honra o ter conhecido, pois acima de um excelente profissional é uma pessoa admirável. Agradeço de coração, por todo apoio, atenção, e pelas contribuições feitas para o andamento e êxito na finalização desta pesquisa.

Ao meu querido coorientador professor Francisco, por aceitar esse desafio e também acreditar no meu potencial, você foi essencial para o êxito da conclusão deste trabalho. Obrigada de coração, por todas as contribuições, explicações, e por dedicar tantas horas de seu tempo para ajudar (feriados e finais de semana), sempre disposto a sanar as dúvidas.

Ao professor Andres, que auxiliou muito com seu conhecimento aprofundado sobre a temática, agradeço imensamente e de coração, por dedicar tantas horas de seu tempo para contribuir com esta pesquisa. Sem dúvidas seu auxílio foi fundamental para o êxito final desta pesquisa. Obrigada pela compressão e disponibilidade.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil que transmitiram seus conhecimentos durante as disciplinas, os quais, foram primordiais para andamento desta pesquisa e da minha formação.

Aos meus colegas do mestrado Andrey e Mateus, por compartilharmos momentos de aprendizado, companheirismo, ansiedade, dúvidas, alegrias e tristezas. Obrigada por todo auxílio na execução dos ensaios, e por sempre tentarem solucionar os problemas juntos, vocês foram essenciais para que essa pesquisa sucedesse. Iniciamos como colegas e terminamos como amigos. Desejo todo sucesso para vocês.

Aos meus colegas de mestrado, por todo o conhecimento compartilhado, todo o auxílio e apoio durante a pós-graduação. Em especial a Bruna, agradeço de coração por ter conhecido você, por toda nossa amizade que se iniciou em videochamadas, por todo seu apoio, incentivo e muito conhecimento passado, você é surreal, quero levar nossa amizade para sempre. Também agradeço por ter a oportunidade de conhecer a Taline, nas mesmas videochamadas, obrigada de coração por compartilhar comigo seus anseios e dividir seu conhecimento, você é muito especial e quero sem dúvidas levar nosso trio para sempre. Por fim, gostaria de agradecer aos colegas que de alguma forma auxiliaram para esta pesquisa: Suélen, Débora, Eclesielter, Maiki, Hugo, Saymon e Vinicius.

A Universidade de Passo Fundo, por permitir a realização dos meus ensaios laboratoriais. Principalmente a todos os funcionários do CETEC, que sempre se dispuseram a ajudar e me receberam muito bem. Em especial ao querido Leunir, pela atenção, paciência, disponibilidade e apoio na resolução de todo andamento da pesquisa. Agradeço pela receptividade, amizade, momentos compartilhados que jamais esquecerei, muito sucesso para você sempre.

A Universidade Federal do Rio Grande do Sul, e em especial ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil – PPGEC, pela oportunidade de estudo e apoio nesta pesquisa. Aos demais colaboradores pelo auxílio durante a realização dos estudos e pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), agradeço pela concessão da bolsa de estudos que permitiu o desenvolvimento deste trabalho.

A todas as amizades sinceras que o mestrado me proporcionou, conhecendo pessoas incríveis que auxiliaram de alguma forma no andamento desta pesquisa e vou levar para sempre: Sidiane, Laura, Cláudia, Lene, Camila, Francine, Larissa, Fabiana.

A todos amigos, familiares e conhecidos que torceram por mim, meus sinceros agradecimentos.

*Seja forte e corajoso! Não se apavore nem desanime,
pois o Senhor, o seu Deus, estará com você por onde você andar”
Josué 1:9*

RESUMO

OLIVEIRA, J. P. de. **Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro álcali-ativado com escória de alto forno.** 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio grande do Sul, UFRGS, Porto Alegre.

Diante do grande consumo dos recursos naturais e geração de resíduos, principalmente pelo setor construtivo, torna-se imprescindível a busca por soluções inovadoras e sustentáveis. Ligado a isto, no decorrer dos anos diversos setores tem evoluído tecnologicamente, como o da mineração, que vêm adotando melhores métodos para os processos de beneficiamento. No entanto muitas jazidas existentes no Brasil têm apresentado teores mais baixos de minerais puros, se comparado com anos anteriores, gerando assim maiores quantidades de rejeitos de mineração no beneficiamento. Neste contexto surge a necessidade do desenvolvimento de novas alternativas de disposição e aplicações para os elevados volumes de rejeitos gerados. Desse modo a presente pesquisa propõe o estudo de rejeitos de minério de ferro, oriundo de Minas Gerais, submetido a estabilização através da álcali-ativação com escória de alto forno, silicato de sódio e hidróxido de sódio. Com intuito de avaliar o comportamento mecânico deste rejeito com adição de teores de 5%, 7,5% e 10% do ligante álcali-ativado. Sendo este ligante otimizado através da metodologia de superfície de resposta e análise da variância. Realizando ensaios de caracterização física, química-mineralógica, de resistência à compressão simples, e triaxiais drenados. Assim como, executando uma comparação com o rejeito estabilizado com CAA, e com cimento Portland de alta resistência CPV-ARI, o qual, tende a assegurar um controle da eficiência da ativação alcalina neste rejeito. Na otimização do ligante obteve-se as razões molares ótimas de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ com 4,616 e $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ com 0,307. Para as análises do comportamento mecânico através de resistência à compressão simples, atingiram-se valores entre 0,98MPa a 8,45MPa para o CAA, e valores entre 1,1MPa e 5,01MPa para CPV-ARI, considerando 7 e 28 dias de cura. Evidenciando a grande competitividade e eficiência da álcali ativação diante de um aglomerante convencional. Verificou-se também a adequabilidade do índice η/B_{iv} para previsão da RCS nas misturas de CAA e CPV-ARI. Por fim, o comportamento tensão-deformação analisado para mistura com CAA, através de ensaios triaxiais drenados, demonstrou um comportamento característico de solos estruturados e uma natureza coesiva friccional, com valores de ϕ_{pico} de $48,10^\circ$, c' de 248,65 kPa, e $\phi_{último}$ de $44,86^\circ$.

Palavras-chave: *Resíduos industriais; desempenho; reações químicas; mineração.*

ABSTRACT

OLIVEIRA, J. P. de. **Analysis of the mechanical behavior of alkali-activated iron ore tailings with blast furnace slag**. 2022. Dissertation (Master in Civil Engineering) - Graduate Program in Civil Engineering, UFRGS, Porto Alegre.

Faced with the great consumption of natural resources and waste generation, mainly by the construction sector, it is essential to search for innovative and sustainable solutions. Linked to this, over the years several sectors have evolved technologically, such as mining, which have been adopting better methods for the beneficiation processes. However, many existing deposits in Brazil have presented lower levels of pure minerals, compared to previous years, thus generating greater amounts of mining tailings in the processing. In this context, the need arises to develop new disposal alternatives and applications for the high volumes of waste generated. Thus, the present research proposes the study of iron ore tailings, from Minas Gerais, subjected to stabilization through alkali-activation with blast furnace slag, sodium silicate and sodium hydroxide. In order to evaluate the mechanical behavior of this tailings with the addition of levels of 5%, 7.5% and 10% of the alkali-activated binder. This ligand was optimized through the response surface methodology and analysis of variance. Carrying out physical, chemical-mineralogical, simple compressive strength and drained triaxial tests. As well, performing a comparison with the tailings stabilized with CAA, and with high strength Portland cement CPV-ARI, which tends to ensure a control of the efficiency of alkaline activation in these tailings. In the optimization of the ligand, the optimal molar ratios of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ with 4.616 and $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ with 0.307 were obtained. For the analysis of mechanical behavior through simple compressive strength, values between 0.98MPa and 8.45MPa were reached for CAA, and values between 1.1MPa and 5.01MPa for CPV-ARI, considering 7 and 28 days of cure. Evidencing the great competitiveness and efficiency of alkali activation against a conventional binder. It was also verified the suitability of the η/B_{iv} index to predict the RCS in the mixtures of CAA and CPV-ARI. Finally, the stress-strain behavior analyzed for mixture with CAA, through drained triaxial tests, showed a characteristic behavior of structured soils and a frictional cohesive nature, with φ_{peak} values of 48.10° , c' of 248.65 kPa, and $\varphi_{ultimate}$ of 44.86° .

Key-words: *industrial waste; performance; chemical reactions; mining.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Localidade das minas com produção bruta maior que 1.000.000 de toneladas (ANM, 2020, p. 9)	26
Figura 2.2 - Curvas granulométricas dos rejeitos de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero (Guimarães, pg. 61, 2011)	30
Figura 2.3 - Processo de hidratação em solo estabilizado com agente cimentício (Adaptado de FITZPATRICK <i>et al.</i> , 1994 <i>apud</i> BRUSHI, pg. 47, 2020).....	37
Figura 2.4 - Reações pozolânicas em estabilizações de solo-cimento (Adaptado de Sargent, 2015).....	38
Figura 2.5 – Construções utilizando materiais álcali ativados (a) edifício residencial na Ucrânia (b) edifício comercial na China (c) edifício de 24 andares na Rússia (Provis & van Deventer, 2014).....	43
Figura 2.6 - Representação da classificação dos materiais álcali-ativados e cimentos (Adaptado de Van Deventer et al., 2010 <i>apud</i> Caicedo, p.69, 2020).....	44
Figura 2.7 – Modelo conceitual para álcali ativação (Adaptado de Duxson <i>et al.</i> 2007).....	48
Figura 2.8 – Estrutura do gel formado (a) gel do tipo C-A-S-H (b) gel do tipo N-A-S-H (Adaptado de Provis & van Deventer, 2014)	50
Figura 3.1 – Caminho sequencial da MSR (Adaptado de MONTGOMERY, 2012).....	55
Figura 3.2 – Projeto Composto de segunda Ordem com 30 análises experimentais (Adaptado de RIBEIRO & CATEN, 2011 <i>apud</i> JASKULSKI, pg. 61, 2022)	56
Figura 3.3 – Etapas de moldagem para o ensaio (a) pesagem materiais (b) mistura do hidróxido (c) após colocar água (d) amostras para umidade (e) moldagem (f) extração do CP.....	61
Figura 3.4 – Etapas do processo de cura da amostra (a) pesagem do CP (b) medição do CP (c) identificação e local de cura (d) imersão antes da cura final.....	62
Figura 3.5 – Etapas do ensaio de compressão simples (a) início do rompimento do CP (b) rompimento da amostra (c) amostras após ensaio (d) amostra ensaiada.	63
Figura 3.6 – Equipamento triaxial utilizado.	64

Figura 3.7 – Ensaio triaxial realizado (a) medidor de variação volumétrica (b) água percolada durante um ensaio (c) colocação da membrana no CP (d) amostra sendo ensaiada.	65
Figura 3.8 - Rejeito de minério de ferro (a) local de disposição (MIGUEL, 2022), (b) após transporte para laboratório (c) após preparação para ensaios.....	67
Figura 3.9 - Distribuição granulométrica para o rejeito de minério de ferro.....	68
Figura 3.10 - Frações de RMF retidas em cada peneira pela sedimentação.....	69
Figura 3.11 – Comparativo da granulometria de rejeitos de minério de ferro (Adaptado de Guimarães, pg. 61, 2011).	70
Figura 3.12 – Curva de compactação do rejeito em estudo.....	71
Figura 3.13 – Ensaio DRX do rejeito em estudo.....	72
Figura 3.14 – Escória de alto forno (a) após recebimento no laboratório (b) equipamento de moagem (c) após preparação para ensaios.	73
Figura 3.15 – Distribuição granulométrica da escória de alto forno.	74
Figura 3.16 – Ensaio de DRX da EAF em estudo.....	75
Figura 3.17 – Materiais preparados para ensaios (a) silicato de sódio (b) hidróxido de sódio (c) cimento Portland de alta resistência.	77
Figura 3.18 – DRX do cimento Portland de alta resistência inicial.	77
Figura 4.1 – Região experimental de otimização do CAA.....	79
Figura 4.2 – Otimização do ligante álcali ativado.....	80
Figura 4.3 – Diagramas de efeitos de interações para q_u (MPa).....	83
Figura 4.4 – Superfície de resposta gerada na otimização.	84
Figura 4.5 – Gráfico de contorno para a otimização.	84
Figura 4.6 – Diagrama de resíduos da otimização.....	85
Figura 4.7 – Ajuste de reta na variação da resistência à compressão simples em relação ao teor de agente aglomerante nas misturas (a) CAA em 7 dias, (b) CAA em 28 dias, (c) CPV-ARI em 7 dias e (d) CPV-ARI em 28 dias.	87

Figura 4.8 – Ajuste de reta na variação da resistência à compressão simples em relação à porosidade nas misturas com aglomerantes (a) CAA em 7 dias, (b) CAA em 28 dias, (c) CPV-ARI em 7 dias e (d) CPV-ARI em 28 dias.	89
Figura 4.9 – Curva da relação de RCS e η/B_{iv} (CAA).....	93
Figura 4.10 – Curva da relação de RCS e η/B_{iv} (CPV-ARI).	95
Figura 4.11 – Comparativo da relação de RCS e η/B_{iv} entre as misturas de CAA e CPV-ARI (a) 7 dias de cura (b) 28 dias de cura.	96
Figura 4.12 – Curvas tensão-deformação axial para ensaios CID.....	98
Figura 4.13 – Curvas deformação volumétrica-deformação axial	98
Figura 4.14 – Curvas com escala ampliada de deformação axial (a) $q \times \epsilon_a$ (b) $\epsilon_v \times \epsilon_a$	100
Figura 4.15 – Planos de rupturas após o cisalhamento (a) 50 kPa (b) 200 kPa.....	101
Figura 4.16 – Trajetórias de tensões $q \times p'$ e envoltória de resistência de pico	102
Figura 4.17 – Trajetórias de tensões $q \times p'$ e envoltória de resistência de última.	103
Figura 4.18 – MEV nas misturas de rejeito minério de ferro e CAA (a) sem cura térmica 23°C (b) com cura térmica 80°C.	106
Figura 4.19 – Análise EDS nas misturas de rejeito minério de ferro e CAA (a) sem cura térmica 23°C (b) com cura térmica 80°C.	107
Figura 4.20 – Ensaio MEV nas misturas de RMF e agente cimentante sem cura térmica (a) CAA (b) CPV-ARI.	108
Figura 4.21 – Análise de EDS nas misturas de RMF e agente cimentante sem cura térmica (a) CAA (b) CPV-ARI.	109
Figura 4.22 - Difractometria de raios-X para misturas de RMF e cimentantes (a) CAA 23°C (b) CAA 80°C (c) CPV-ARI 23°C (d) CPV-ARI 80°C.....	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Teores de ferro em rejeitos.....	28
Tabela 2.2 - Massa específica dos grãos em rejeito de minério de ferro.....	31
Tabela 2.3 – Compilado da composição química do RMF.	33
Tabela 2.4 – Compilado da composição mineralógica em RMF.	34
Tabela 2.5 - Aplicabilidades do rejeito de minério de ferro em geotecnia.....	35
Tabela 2.6 – Compilado da composição química de EAF.	41
Tabela 3.1 – Variáveis independentes fixadas.....	51
Tabela 3.2 – Programa experimental.....	57
Tabela 3.3 - Proporções das partículas no rejeito.....	67
Tabela 3.4 - Características físicas obtidas para o RMF.	69
Tabela 3.5 – Composição química do rejeito em estudo.....	72
Tabela 3.6 - Características físicas obtidas para a EAF	73
Tabela 3.7 – Composição química da EAF em estudo.....	74
Tabela 4.1 – Definição dos níveis para as variáveis em estudo.	81
Tabela 4.2 – Dados inseridos para análise através PCSO.	82
Tabela 4.3 – Análise da variância para a otimização do LAA.	82
Tabela 4.4 – Compilado de ensaios na etapa complementar.....	105

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANM	Agência Nacional de Mineração
ANOVA	Análise de variância
ASTM	American Society for Testing and Materials
CAA	Cimento álcali ativado
CBR	California Bearing Ratio
CID	Ensaio triaxial consolidado isotropicamente drenado
CP	Corpo de prova
CPV-ARI	Cimento Portland de alta resistência inicial
CSN	Companhia Siderúrgica Nacional
DPA	Dano potencial associado
DRX	Difratometria de raio-X
EAF	Escória de alto forno
EDS	Energia dispersiva
FRX	Espectrometria de fluorescência de raio-X
HS	Hidróxido de sódio
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IBRAM	Instituto Brasileiro de Mineração
IP	Índice de plasticidade
LAA	Ligante álcali ativado
LL	Limite de liquidez
LP	Limite de plasticidade
LTDA	Limitada ou Sociedade Limitada
MAA	Materiais ativados alcalinamente
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MG	Minas Gerais
MSR	Metodologia de superfície de resposta
NBR	Norma Brasileira
NP	Não plástico
PCSO	Projeto composto de segunda ordem
PIB	Produto interno bruto

PNSB	Política nacional de segurança das barragens
PPGEC	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
PVC	Policloreto de vinila
RCS	Resistência à compressão simples
RMF	Rejeito de minério de ferro
RS	Rio Grande do Sul
SNISB	Sistema nacional de informações sobre segurança de barragens
SS	Silicato de sódio
SUCS	Sistema unificado de classificação de solos
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UNISINOS	Universidade do Vale do Rio dos Sinos
UPF	Universidade de Passo Fundo

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcento ou porcentagem
±	Para mais ou para menos
°C	Graus Celsius
°	Graus
<	Menor
>	Maior
η	Porosidade
$\Delta\varepsilon_v$	Varição de deformação Volumétrica
ε_a	Deformação Axial
ε_v	Deformação Volumétrica
Al_2O_3	Óxido de alumínio
B_{iv}	Teor volumétrico de agente cimentante
Ca	Cálcio
Ca/Si	Relação entre cálcio e silício
CaO	Óxido de cálcio
C-A-S-H	Aluminossilicato de cálcio hidratado
C-A-H	Aluminato de cálcio hidratado
C-S-H	silicato de cálcio hidratado
CO ₂	Gás carbônico
C ₂ S	silicato dicálcico
C ₃ A	aluminato tricálcico
C ₄ AF	tetracálcico
C_{iv}	Teor volumétrico de cimento Portland
c'	Coesão
Fe	Ferro
Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro
g	Grama
g/cm ³	Gramas por centímetro cúbico
g/l	Gramas por litro
g/mol	Gramas por mol
H ₂ O	Água

kg	Quilogramas
kN/m ³	QuiloNewton por metro cúbico
kPa	KiloPascal
K ₂ O	Óxido de potássio
LVDT	Linear variable differential transformer
M	Gradiente de inclinação da envoltória
m/s	Metros por segundo
MgO	Óxido de magnésio
MnO	Óxido de manganês
mm	Milímetro
mm/h	Milímetro por hora
MPa	Mega Pascal
N-A-S-H	Alumino silicato de sódio hidratado
Na/Si	Relação sódio e silício
Na ₂ O	Óxido de sódio
NaOH	Hidróxido de Sódio
Na ₂ SiO ₃	Silicato de Sódio
η/B_{iv}	Índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante
pH	Potencial hidrogeniônico
p'	Tensão efetiva média
ρ_s	Massa específica real dos grãos
qu	Resistência à compressão simples
q	Tensão desvio
RMF/LAA	Relação rejeito minério de ferro e ligante álcali ativado
R ²	Coefficiente de determinação
R ² _{aj}	Coefficiente de determinação ajustado
R ² _{pred}	Coefficiente de determinação preditivo
SiO ₂	Sílica
Si/Al	Relação silício e alumínio
t	Toneladas
Ti ₂ O	Óxido de titânio
US\$	Dólar
γ_d máx	Peso específico aparente seco

$\varphi_{\text{último}}$

Ângulo de atrito último

φ_{pico}

Ângulo de atrito de pico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	FORMULAÇÃO DO PROBLEMA DE PESQUISA	15
1.2	JUSTIFICATIVA DA PESQUISA	16
1.3	OBJETIVOS DA PESQUISA	17
1.3.1	Objetivo Geral	17
1.3.2	Objetivos Específicos	18
1.4	ESTRUTURA DA PESQUISA	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO	20
2.1	CONTEXTUALIZAÇÃO SOBRE MINÉRIO DE FERRO	20
2.1.1	Processo de Mineração	21
2.1.1.1	Disposição de estéreis e rejeitos	22
2.1.2	Relevância na Indústria Internacional e Nacional	25
2.2	REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO	27
2.2.1	Características Geotécnicas	28
2.2.1.1	Granulometria	29
2.2.1.2	Massa específica	30
2.2.1.3	Limites de Consistência	31
2.2.1.4	Resistência ao cisalhamento	32
2.2.2	Composição Química e Mineralógica	33
2.2.3	Aplicabilidades na Geotecnia	34
2.3	ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA APLICADA A MATERIAIS GEOTÉCNICOS	35
2.3.1	Solos Estabilizados com Cimento Portland	36
2.3.2	Solos Estabilizados com Materiais Alternativos	39
2.3.2.1	Escória de alto forno	40
2.4	ÁLCALI-ATIVADAÇÃO	42

2.4.1 Materiais Precursores	44
2.4.2 Ativadores Alcalinos	45
2.4.3 Mecanismos de Reação	46
2.4.3.1 Sistemas ricos em cálcio.....	48
2.4.3.2 Sistemas pobres em cálcio.....	49
2.4.4 Ativação alcalina na estabilização de rejeitos de mineração.....	50
3 PROGRAMA EXPERIMENTAL	51
3.1 VARIÁVEIS INVESTIGADAS	51
3.2 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA (MSR)	54
3.2.1 Projeto Composto de Segunda Ordem (PCSO).....	55
3.3 MÉTODOS.....	56
3.3.1 Análise Granulométrica.....	58
3.3.2 Massa Específica Real dos Grãos	58
3.3.3 Limites de Consistência.....	59
3.3.4 Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX).....	59
3.3.5 Difractometria de Raios X (DRX).....	59
3.3.6 Compactação	60
3.3.7 Resistência à Compressão Simples (RCS)	60
3.3.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise de Energia Dispersiva (EDS)..	63
3.3.9 Triaxial Drenado.....	64
3.4 MATERIAIS	66
3.4.1 Rejeito de Minério de Ferro.....	67
3.4.2 Escória de Alto Forno.....	72
3.4.3 Silicato de Sódio (SS).....	75
3.4.4 Hidróxido de Sódio (HS).....	76
3.4.5 Cimento CPV-ARI	76

4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	78
4.1	OTIMIZAÇÃO DO LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO	78
4.1.2	Região experimental	78
4.1.2	Metodologia da superfície de resposta (MSR)	81
4.2	COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS MISTURAS DE REJEITO E AGENTE AGLOMERANTE: ETAPA SELETIVA	86
4.2.1	Resistência à compressão simples - RCS	86
4.2.2	Correlações com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante (η/B_{IV})	91
4.3	TRIAXIAL CONSOLIDADO ISOTRÓPICAMENTE DRENADO - CID	97
4.3.1	Envoltória e parâmetros de resistência	101
4.4	ANÁLISE MICROESTRUTURAL E MINERALÓGICA: ETAPA COMPLEMENTAR	104
4.4.1	Ensaio de Microscopia eletrônica de varredura - MEV e análise EDS	105
4.4.2	Ensaio de Difratomia de raios-X	110
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	112
5.1	CONCLUSÕES	112
5.2	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	117
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	119

1 INTRODUÇÃO

Com uma grande variedade geológica e extensão territorial, o Brasil ocupa uma posição de destaque global, procedente de suas reservas e produções minerais, alcançando no período de 2018/2019 a significativa média anual de US\$ 36 bilhões. A quantidade de bens minerais exportados pelo país em 2019, alcançou um volume de 358 milhões de toneladas, cerca de, US\$ 32,5 bilhões, onde deste montante o minério de ferro compõe 68%, sendo sempre o mineral em maior quantidade exportado (IBRAM, 2020). Ficando evidente a importância da indústria extrativa para a economia e geração de empregos da sociedade.

Embora desempenhe papel expressivo no desempenho socioeconômico brasileiro, a atividade de mineração produz elevados volumes de estéreis e rejeitos, subprodutos inerentes ao processo de lavra e beneficiamento do minério, como também, da exploração de jazidas de baixos teores de minério de ferro existentes, implicando em extensas áreas para deposição dos rejeitos que constituem um grande problema ambiental, pelo potencial de contaminação do solo e águas superficiais e subterrâneas (BEZERRA, 2017). Boscov (2008), complementa que a razão gravimétrica entre produto final extraído e os rejeitos produzidos corresponde 2:1, ou seja, para cada tonelada de minério de ferro é produzida em média 0,5 toneladas de rejeitos.

Dentre as principais disposições destes rejeitos, a mais comumente utilizada é construção de barragens de rejeito, contudo nos últimos quatro anos dois grandes desastres deixaram danos irreparáveis no Brasil. Uma delas foi o rompimento da Barragem de Fundão em Mariana/MG (2015), quando cerca de 50 milhões de metros cúbicos de rejeito de minério de ferro (RMF) atingiram o Rio Doce, posteriormente em 2019, o rompimento da Barragem 1 da Mina Córrego do Feijão em Brumadinho/MG, despejou em torno de 13 milhões de metros cúbicos de RMF sobre o Rio Paraopeba. Trazendo assim irreparáveis impactos ambientais e principalmente na sociedade, com a perda de mais de 260 vidas (ROCHE *et al.*, 2017 *apud* ELÓI, p.16, 2020).

Fundamentado na Lei 12.334/2010 que instituiu a Política Nacional de Segurança de Barragens (PNSB) e na Resolução CNRH N° 143, de 10 de julho de 2012, critérios gerais de classificações das barragens referentes ao risco, ao dano e ao volume foram estabelecidos. O principal objetivo é determinar a periodicidade e o conteúdo mínimo das inspeções regulares e especiais, seguindo obrigações e estratégias para garantir a observância de padrões de segurança das barragens, reduzindo a possibilidade de acidentes e posteriores consequências pelo mau funcionamento.

Desse modo, o Sistema Nacional de Informações sobre Segurança de Barragem – SNISB (2021), informa que no Brasil, dentre as 445 barragens inseridas na PNSB, 251 apresentam um alto dano potencial associado (DPA), já referente a categoria de risco, 10,56% e 12,58%, respectivamente, apresentam alto e médio risco.

Vinculado a ocorrência de rompimentos de grandes proporções e prevenção da ocorrência de novos desastres, as atenções estão direcionadas às estruturas, havendo a alteração da Lei 12.334/2010 pela Lei nº 14.066/2020, e Resolução nº 13/2019 da ANM, onde dita a proibição da construção de barragens pelo método a montante, e descaracterização de barragens que sejam construídas por este método. Vale ressaltar, que os grandes desastres citados anteriormente eram barragens montante, localizadas no estado de Minas Gerais, o qual também regulamenta por meio da Lei nº 23.291/2019 as mesmas premissas. Com isso, faz-se necessária a execução de projetos para descaracterizar uma barragem de rejeitos, proporcionando um destino diferente ao rejeito da barragem, sendo frequentemente realizado o empilhamento de rejeito drenado (ARAÚJO, 2020).

Diante disso, diversas formas de reaproveitamento e uso de técnicas de melhoramento vem sendo estudadas para os rejeitos. Estas soluções abrangem tanto a aplicação no setor construtivo e rodoviário, quanto em áreas da agricultura e tratamento de efluentes, desempenhando papel importante diante da escassez de recursos financeiros, do grande volume de rejeitos gerados, e da necessidade de proteção ambiental (ELÓI, 2020). Autores como Chen *et al.* (2013), e Pedroso (2020) realizaram pesquisas com a utilização do rejeito de minério de ferro para utilização na construção civil, aplicação que apresenta maior número de pesquisas que destacam a aplicabilidade dos rejeitos como insumo, concluindo resultados positivos quanto ao uso em produtos como cerâmicas, cimentos e agregados.

Perante o exposto, uma das soluções que vêm sendo empregada para pesquisas relacionadas aos resíduos, é a estabilização por meio da álcali-ativação. Que corresponde a uma alternativa expressiva no âmbito ambiental, visto que, realiza a substituição de materiais cimentícios tradicionais (cimento Portland e cal), os quais em sua produção geram alto gasto energético e grande emissão de gás carbônico (CO₂). Sendo possível com o emprego de cimentos alcalinos, alcançar satisfatórios valores de resistência e durabilidade, com baixo gasto energético e menor emissão de CO₂ (CAICEDO, 2020). Duxson *et al.*, (2007) comenta sobre a "geopolimerização", processo de reação de um aluminossilicato sólido com um hidróxido alcalino aquoso altamente concentrado ou solução de silicato, que produz um material aluminossilicato alcalino sintético,

sendo possível incluir diferentes resíduos e subprodutos de diversas indústrias, como precursores e principais matérias primas para a síntese química.

Nessa perspectiva, a escória de alto forno se mostra um resíduo industrial com potencial de reaproveitamento na engenharia geotécnica, com a estabilização de solos, apresentando resultados satisfatórios de melhoria nas misturas (YAZICI, 2004; VEITH, 2000). Segundo ArcelorMittal (2019), o maior mercado de uso da escória é na construção civil, como substituta parcial do clínquer Portland, pois apresenta característica de capacidade hidráulica, que ao ser moída e em contato com água a mesma tem propriedade cimentante (endurece), além de reduzir significativamente, a emissão de CO₂ para a atmosfera durante o processo de fabricação do clínquer.

Assim, a utilização do processo de álcali-ativação com precursores alternativos acrescenta relevância ao desenvolvimento sustentável, como o uso da escória de alto forno, que já é comumente utilizada na produção de cimentos, alcançando boa durabilidade, aumento da resistência ao ataque por sulfatos, aumento da resistência mecânica à compressão em idades mais avançadas, diminuição da permeabilidade, do calor de hidratação e da retração (MENÉNDEZ; BONAVETTI; IRASSAR, 2003).

Vale ressaltar, conforme Provis (2014), que o ligante álcali-ativado produzido tem a capacidade de desenvolver um comportamento similar à ligantes cimentícios convencionais, em relação às propriedades físicas, químicas e mecânicas. Davidovits (1994), expõe a eficácia das reações de álcali-ativação na estabilização de rejeitos de mineração, promovendo a melhora das características mecânicas, e podendo confinar possíveis elementos tóxicos na composição do material.

1.1 FORMULAÇÃO DO PROBLEMA DE PESQUISA

Diante a literatura referida, esta pesquisa visa responder o seguinte questionamento: “Qual o comportamento mecânico do rejeito de minério de ferro estabilizado por um sistema de álcali-ativação com precursor convencional (escória de alto forno)?”

1.2 JUSTIFICATIVA DA PESQUISA

Conforme o Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT, 2016), para cada 1.000 kg de minério de ferro processado no Brasil são gerados aproximadamente 400 kg de rejeito, ou seja, 40% corresponde a resíduos que são descartados sem um destino vantajoso. Segundo informações do Inventário de Resíduos da Mineração, por ano no Brasil são gerados cerca de 289 milhões de toneladas de RMF, sendo deste total, 94,58% destinados para as barragens, 2,87% para as pilhas de rejeitos, e somente 0,003% (cerca de 9,9 mil toneladas) são reutilizadas (FEAM, 2018).

Perante à acelerada produção de resíduos de minério de ferro, oriundos da constante expansão do consumo do aço e ferro no mundo, acaba sendo considerado como um desperdício, não havendo ainda utilizações que supram a quantidade gerada (SAKTHIVEL *et al.*, 2010; LIU *et al.*, 2010). Ferreira *et al.* (2016), acrescenta que o aumento nessa geração de resíduos sólidos por indústrias siderúrgicas e mineradoras, segue um crescimento ao longo dos últimos anos, constituindo um problema ambiental, uma vez que, necessita de grandes áreas para disposição dos resíduos. Impulsionado não somente pela preocupação ambiental, mas também pela escassez de jazidas, redução de reservas, e conseqüente, diminuição dos teores de minério, gerando assim maior quantidade de rejeitos a serem descartados, é de extrema importância o conhecimento das propriedades destes materiais. O que favorece a possibilidade de aproveitamento como subproduto na usina ou em outros setores, gerando receita onde existe despesas, além de, contribuir para desenvolvimento sustentável (BORGES, 2008).

Diversas pesquisas vêm sendo desenvolvidas ao longo dos anos para aplicação do rejeito de minério de ferro. Apresentando potencial de utilização no setor rodoviário, em camadas do pavimento (GALHARDO, 2015; CAMPANHA, 2011; BASTOS *et al.* 2016), em áreas da química ambiental e para o tratamento de águas residuais, (FREITAS *et al.* 2019; ALMEIDA, 2019; LIU *et al.* 2010), mas principalmente no setor da construção civil, na produção de materiais de construção como cimento, concreto, revestimentos e tijolos (PEDROSO, 2020; MENDES, 2019; ZHANG; TANG; LIU, 2021; YOUNG; YANG, 2019; SHETTIMA *et al.* 2016). Já existem pesquisas com álcali-ativação usando o RMF, mostrando potencialidades deste sistema (ELÓI, 2020; DEFÁVERI *et al.* 2019; Yao *et al.* 2020) e também na área de geotecnia (MOTTA, 2008; ALBUQUERQUE FILHO, 2004; GOMES; TOMI; ASSIS, 2016).

Geralmente estes RMF são enriquecidos com óxido de ferro (Fe_2O_3) e silício (SiO_2), e tendem a apresentar baixas quantidades de óxido de alumínio (Al_2O_3), possuindo um grande potencial para estabilização de resíduos, devido à alta formação de estruturas cristalinas por meio de seus

processos de reação. Os mesmos autores utilizaram o rejeito como material de fonte primária para geopolimerização com adição de resíduo de lã de vidro, obtendo mais de 100 MPa de resistência a compressão, sustentando a potencialidade mecânica do rejeito (DEFÁVERI *et al.* 2019).

Elói (2020), produziu um aglomerante através da ativação alcalina, com uso de RMF como precursor e com adição da sílica ativa nas porcentagens de 1.5, 2.25 e 5% sobre a massa do rejeito, realizando sem ativação térmica ou mecanoquímica do precursor e o método “one part”, o qual, “o ativador alcalino sólido é misturado ao precursor sólido, formando um material seco, bastando apenas adicionar água ao final do processo para obter as propriedades aglomerantes” (Ye, 2016). Concluindo a produção de matrizes com resistência mecânica suficiente para aplicação em alguns campos do setor construtivo, como produção de blocos intertravados, blocos, tijolos, etc.

Para produção de cimentos alcalinamente ativados os materiais comumente utilizados são: cinzas volantes, escórias e metacaulim (SITHOLE; MASHIFANA, 2020; YANG; ZHU; ZHANG, 2017; ALVENTOSA; WHITE, 2021). Uma pesquisa realizada com escória de alto forno e cinza volante mostra a efetividade na produção dos cimentos alcalinos, permitindo obter um material com características de cimentação semelhantes ao cimento Portland comum, somados a importantes benefícios econômicos e ambientais. Baseado na fabricação de argamassas com escória ativada com hidróxido de sódio (NaOH) obteve-se em 90 dias uma resistência a compressão próxima de 55 MPa, já ativada com silicato de sódio (Na_2SiO_3) aos 28 dias atingiu-se uma resistência a compressão de quase 100 MPa, evidenciando que este precursor possui grande eficácia neste sistema de álcali-ativação (FERNÁNDEZ-JIMENEZ; LODEIRO; PALOMO, 2015)

Diante disso, fica visível o grande potencial que o rejeito de minério de ferro e a escória de alto forno apresentam em diversos estudos. Trazendo nesta pesquisa o anseio pelo conhecimento do comportamento do RMF como material base, álcali-ativado com um precursor comumente utilizado como a escória de alto forno e ativado com silicato de sódio (Na_2SiO_3) e hidróxido de sódio (NaOH). Através desta análise será possível propor diretrizes para utilização destes materiais, principalmente pela empresa fornecedora dos mesmos, assegurando que possam ser empregados com maior frequência na Engenharia Civil e diretamente pela empresa fornecedora.

1.3 OBJETIVOS DA PESQUISA

1.3.1 Objetivo Geral

O objetivo geral desta pesquisa consiste em analisar o comportamento mecânico do sistema de álcali-ativação, com um precursor comumente utilizado (escória de alto forno), na estabilização de rejeito de minério de ferro.

1.3.2 Objetivos Específicos

Perante o objetivo geral e da problemática exposta neste estudo, os seguintes objetivos específicos são estabelecidos:

- a) Determinação da dosagem de precursor e ativadores alcalinos que maximizem a resposta mecânica deste cimento álcali-ativado no rejeito de minério de ferro;
- b) Análise da influência das diferentes proporções de ligante álcali-ativado, e complementarmente do cimento Portland, no comportamento mecânico do rejeito de minério de ferro;
- c) Verificação da adequabilidade das correlações com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante (η/B_{iv}) para as misturas analisadas;
- d) Análise do comportamento de tensão x deformação, e obtenção dos parâmetros de resistência do rejeito de minério de ferro com incorporação do cimento álcali-ativado;
- e) Avaliação da microestrutura e mineralogia do rejeito e agentes aglomerantes.

1.4 ESTRUTURA DA PESQUISA

A presente pesquisa se distribui em cinco capítulos, incluindo este primeiro, o qual apresenta os aspectos gerais da temática abordada, e estrutura os demais como:

Capítulo 1: apresenta uma delimitação do meio que se almeja explorar, seguido respectivamente, do problema da pesquisa, os objetivos, geral e específicos, e a justificativa teórica e fundamentada na importância prática do assunto abordado.

Capítulo 2: expõe a revisão bibliográfica acerca do tema, que se subdividem em quatro seções. A primeira reflete as conceptualizações sobre o minério de ferro e problemática enfrentada no setor de mineração. A segunda seção aprofunda-se no rejeito de minério de ferro, constatando suas características, potencialidades e aplicabilidades. A terceira parte explana acerca da estabilização química aplicada à Geotecnia. Sendo abordada na última seção o sistema de álcali-ativação, com suas funcionalidades e características.

Capítulo 3: discorre sobre as metodologias adotadas no estudo. Mostrando o delineamento da pesquisa, os materiais utilizados, os ensaios laboratoriais, associados com explicações referentes as decisões tomadas.

Capítulo 4: apresenta os resultados dos materiais estudados e prevê a análise e discussão dos dados obtidos.

Capítulo 5: traz as considerações finais sobre os resultados obtidos, além de sugestões para trabalhos futuros.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Neste capítulo são explanados fundamentos teóricos acerca da temática da pesquisa. Com principal enfoque em permitir a compreensão dos conceitos, estudando as características do minério de ferro, dos rejeitos gerados nesta extração mineral, da escória de alto forno usada como precursora e por fim, no processo de álcali-ativação.

2.1 CONTEXTUALIZAÇÃO SOBRE MINÉRIO DE FERRO

Conforme o IBRAM (2016), “a mineração compreende um conjunto de atividades destinadas a pesquisar, descobrir, mensurar, extrair, tratar ou beneficiar e transformar recursos minerais de forma a torná-los benéficos econômicos e sociais”. Sendo assim, as indústrias de mineração são encarregadas pela produção primária de diversos insumos usufruídos diariamente, como é exemplo, os empreendimentos da construção civil, automobilística, aeroespacial, entre outras (CARNEIRO, 2020).

Dessa forma, é notório que o setor de mineral é um dos pilares da sustentação econômica do país. Correspondendo a aproximadamente 4% no PIB brasileiro, conforme informações da SGM (Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral do Ministério de Minas e Energia) e do IBGE. Provindo da elevada multiplicidade geológica e dimensão territorial com províncias minerais espalhadas por todo o território brasileiro, ocupando lugar de destaque no comércio mundial do setor mineral (IBRAM, 2020).

Entre os principais bens minerais produzidos no Brasil cita-se: o ferro, o ouro, o nióbio, o cobre, a bauxita, e o manganês. Os quais nesta ordem correspondem aos produtos de origem mineral mais exportados do país. Ainda, segundo o Ministério da Economia, em 2019, o minério de ferro representou 18,8% dos produtos básicos, sendo o terceiro insumo líder na linha de exportações na conta de produtos básicos brasileiros, superado pela soja com 22,1%, primeiro produto do ranking, seguido pelos óleos brutos de petróleo com 20,3%. (IBRAM, 2020).

Os minerais de ferro estão presentes em 4,5% da crosta terrestre, correspondendo ao quarto elemento mais abundante, atrás somente do oxigênio, o silício e o alumínio. Nos minérios, o ferro normalmente ocorre perante a forma de óxidos minerais, como a hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4) ou goethita (FeHO_2) e também, em menores proporções, a limonita ($\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$). A ocorrência de minérios de ferro apresenta uma grande variedade de ambientes geológicos,

originando depósitos minerais de variados portes, formas, origens, constituições mineralógicas e características (GIRODO, 2005).

Geologicamente, as jazidas de minério de ferro se classificam em cinco categorias principais: (i) sedimentares acamadados; (ii) formados por soluções hidrotermais; (iii) relacionadas a atividades vulcânicas; (iv) relacionadas a processos de metamorfismo e/ou deformação; e (v) resultantes de alteração e acúmulo na superfície terrestre. Considerando termos tecnológicos e econômicos, os sedimentos acamadados são os mais relevantes, por constituírem grandes depósitos das formações ferríferas bandadas, ressaltando nesta classe, os minérios itabiríticos e jaspelíticos. Esta categoria condiz a um conjunto de rochas de origem sedimentar química, finamente bandadas ou laminadas, compostas de minerais de sílica e de ferro (hematita, magnetita e algumas variedades de carbonatos e silicatos), e correspondem as maiores reservas de ferro do mundo, com teores médios entre 20% e 55% (CARVALHO *et al*, 2014).

Já do ponto de vista metalúrgico, os mesmos autores comentam, que o minério de ferro se divide em três categorias baseado na granulometria: granulado (lump ore), finos para sínter (sínter feed) e finos para pelotas (pellet feed). Com faixas granulométricas, respectivamente, maiores que 6,3 mm (lump ore); entre 6,3 mm e 0,15 mm (sínter feed); inferior a 0,15 mm (pellet feed).

2.1.1 Processo de Mineração

Para a obtenção do minério de ferro, duas etapas são realizadas: lavra e beneficiamento. A primeira consiste na retirada do minério da jazida, que se divide em dois tipos: lavra subterrânea e a lavra a céu aberto, as quais, a escolha depende da avaliação das condições geológicas, socioeconômicas e ambientais. Devido aos processos naturais de sua formação, o minério bruto quando é extraído, não se encontra na forma suficientemente puro ou adequado para a utilização industrial, necessitando passar pela segunda etapa, o beneficiamento. Este processo prepara granulometricamente, concentra ou purifica minérios, através de métodos físicos e químicos, sem alteração da composição química do material, visando extrair o mineral de interesse econômico, que é o produto final da mineração (CARNEIRO, 2020).

Conforme Luz; Sampaio; França (2010), no beneficiamento de minério, primeiramente é feito: uma cominuição (britagem e moagem), para redução dos tamanho das partículas, que pode variar de centímetros até micrometros; após uma separação por granulometria e classificação (ciclonação, classificação em espiral), com intuito de separar as espécies minerais, obtendo-se um concentrado e um rejeito; concentração (por densidade, gravítica, eletromagnética, eletrostática, por flotação), para remover a maior parte da ganga (impurezas) presente em grande proporção no

minério; seguido do espessamento e filtragem, para retirar do minério (ou pré-concentrado) os minerais contaminantes que ocorrem em pequena proporção e parte da água do concentrado; finalizando com a secagem (secador rotativo, spray dryer, secador de leito fluidizado); e finalmente com a disposição de rejeito, que é comumente sob a forma mistura sólido e água, e são dispostos em reservatórios, em pilhas e em barragens construídas com o próprio rejeito.

Com a atividade de mineração, são gerados dois tipos de resíduos: os estéreis e os rejeitos. Os estéreis correspondem a materiais extraídos da mina, que não possuem valor econômico e geralmente são dispostos em pilhas. Os rejeitos são resíduos resultantes da etapa de concentração, realizada no processo de beneficiamento, quando se separa o minério de valor econômico (CARNEIRO, 2020).

De acordo com a Agência Nacional de Mineração – ANM (2020), a partir de uma produção anual beneficiada de minério de ferro, de 397 milhões de toneladas, é obtido 255 milhões de toneladas do mineral de interesse econômico. Ou seja, geralmente com a extração, se obtém minérios de ferro com teores superiores a 50%, como as rochas encontradas nas minas da Vale S.A. (2021a) em Carajás, que são formadas em média por 67% de teor de minério de ferro. Assim como as minas da Companhia Siderúrgica Nacional - CSN (2021), que superam em média 63% de teor de minério de ferro. Ressaltando a grande importância deste mineral para a economia brasileira, que representa 72,8% do valor total da produção considerando as onze principais substâncias metálicas extraídas (ANM, 2020).

O IBRAM (2016) ressalta que os principais estados produtores de minério de ferro no Brasil são Minas Gerais (51,6%), região conhecida por Quadrilátero Ferrífero, e o Pará (32%), na Província Mineral de Carajás. Em ambos os locais, encontram-se predominantemente itabiritos, que são formações de ferro bandadas em finas camadas de hematita ou magnetita, oriundas da intemperização e laterização das formações ferríferas (ROSIÈRE & CHEMALE, 2000). No Pará, há ainda a presença de jaspelitos, que são formações ferríferas não metamorfizadas, bandadas definida por jaspe e opacos, com teor de ferro entre 20% e 40%, e de sílica entre 38% e 60%. (CARVALHO *et al*, 2014).

2.1.1.1 Disposição de estéreis e rejeitos

Com o acelerado crescimento socioeconômico mundial, proporcionalmente, a geração de resíduos vem aumentando, se tornando um grande desafio para diversos setores produtivos, como o da mineração. A fim de, manter uma boa qualidade de vida social e ambiental, torna-se necessário a redução e reutilização dos resíduos oriundos dos setores produtivos. Buscando através da

eficiência no uso dos recursos e o desenvolvimento de tecnologias para o aproveitamento de resíduos. Um fator relevante para essa diminuição na geração de resíduos na indústria de mineração, é o conhecimento geológico bem minucioso do território, pois o assertivo mapeamento em uma escala compatível para a pesquisa mineral, resultará em projetos mais eficazes para o aproveitamento da extração do minério (IBRAM, 2016).

Como citado anteriormente, no setor de mineração são gerados resíduos sólidos de extração/lavra (estéril) e do beneficiamento/tratamento (rejeitos). Para a disposição dos estéreis, até 2010, somente normativas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) orientavam essas atividades específicas, como: ABNT NBR 13028 - Mineração – Elaboração e apresentação de projeto de barragens para disposição de rejeitos, contenção de sedimentos e reservação de água; e ABNT NBR 13029 – Mineração – Elaboração e apresentação de projeto de disposição de estéril em pilha.

A partir de 2010, requisitos legais e normativos foram estabelecidos, a fim de, contribuir para adoção de critérios técnicos de segurança e também prevenção de riscos e impactos ambientais na disposição dos resíduos. Como a Lei nº 14.066/2020 que estabeleceu “a Política Nacional de Segurança de Barragens (PNSB)” e criou “o Sistema Nacional de Informações sobre Segurança de Barragens (SNISB)”, e a Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 que instituiu “a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PRS)”. Dessa forma, os projetos e práticas da disposição destes estéreis vem inserindo critérios geotécnicos de prevenção e controle destes depósitos, assim como, da recuperação na fase de fechamento. Soluções como a utilização de parte do estéril na recuperação de voçorocas e preenchimento de cavas exauridas de minas, vem sendo realizadas, contribuindo para redução dos depósitos de estéril (IBRAM, 2016).

Em relação aos rejeitos provenientes do beneficiamento, podem ser encontrados com diversas características geotécnicas, físico-químicas e mineralógicas, em função do tipo de minério processado e dos tratamentos. Sendo denominados como rejeitos granulares, quando apresentam granulometria grossa (acima de 0,074 mm), e definidos como lama, quando de granulometria fina (inferior 0,074 mm) (ESPÓLIO, 2000). Boscov (2008), complementa que o descarte desses rejeitos, pode ocorrer pelo transporte por caminhões ou correias transportadoras (granel), ou na forma de polpa (mistura de água e sólidos), transportada por meio de tubulações com aplicação de sistemas de bombeamento ou por gravidade, que corresponde a uma alternativa de menor custo operacional. De modo geral, a disposição final do rejeito pode ser: em minas subterrâneas; em cavas exauridas de minas; em pilhas; por empilhamento a seco (método “dry stacking”); por disposição em pasta; e mais comumente utilizado, em barragens de contenção de rejeitos.

De acordo com o IBRAM (2016), a escolha de qual método de disposição do rejeito depende:

- a) da natureza do processo de mineração;
- b) das condições geológicas e topográficas da região;
- c) das propriedades mecânicas dos materiais;
- d) do poder de impacto ambiental de contaminantes dos rejeitos; e
- e) das condições climáticas da região.

Consequentemente dentre os métodos de disposição, as barragens de contenção de rejeitos ainda são as mais utilizadas, podendo ser construídas com uso dos solos, estéreis ou mesmo o próprio rejeito. (BOSCOV, 2008). A construção das primeiras barragens de rejeitos, ocorreu a partir da década de 30, sendo projetadas transversalmente aos cursos d'água, com considerações limitadas apenas para inundações. Em consequência, quando fortes chuvas ocorriam, poucas destas se mantinham estáveis. Somente na década de 40, com o desenvolvimento das tecnologias, que foi possível a construção de barragens de contenção de rejeitos com técnicas de compactação e maior grau de segurança, similar às barragens convencionais, em virtude da disponibilidade de equipamentos mais aprimorados para movimentação de terras, especificamente em minas a céu aberto (CBDB, 2011).

Dentre as técnicas construtivas de barragens de rejeitos, construídas por alteamentos sucessivos, cita-se: Método de Montante, Método de Jusante e Método da Linha de Centro. Sendo o de montante o mais utilizado, visto que, tem maior facilidade de execução e é o mais econômico. Porém este método apresenta dificuldade de controle da superfície freática, redução na capacidade de armazenamento do reservatório, susceptibilidade ao piping, superfícies erodíveis e probabilidade de liquefação, na incidência de rejeitos granulares, fofos e saturados. Sendo assim, corresponde ao método mais crítico sob o ponto de vista de segurança (ESPÓSITO, 2000).

Consequentemente, dois grandes desastres marcaram o setor minerário brasileiro, envolvendo barragens com método a montante, sendo a partir destes rompimentos, em Mariana/MG e Brumadinho/MG, que a legislação brasileira estabeleceu maiores cobranças das diretrizes de gerenciamento e rotinas de inspeção. Através da Lei nº 14.066/2020, e Resolução nº 13/2019 da ANM, onde emite a extinção de barragens pelo método a montante, e descaracterização de barragens que sejam construídas por este método, visto que, apresentam riscos de segurança. Segundo essa normativa, a descaracterização, é o encerramento do uso da barragem, não operando como estrutura de contenção de sedimentos ou rejeitos, sendo reincorporada ao relevo e ao meio

ambiente. Gerando além dos rejeitos beneficiados diariamente na extração, estes descaracterizados das barragens a montante, resultando em elevadas quantidades de rejeitos.

2.1.2 Relevância na Indústria Internacional e Nacional

A indústria da mineração brasileira é predominantemente formada por micro e pequenas empresa. Conforme a ANM (2020), dentre as 64 minas de ferro em produção no ano de 2019, 34 delas correspondem a usinas de grande porte (quantidade anual máxima de produto beneficiado produzido maior que 1.000.000 t). Sendo o setor extrativo mineral, responsável pela geração de cerca de 175 mil empregos diretos, e mais de 2 milhões de empregos indiretos, desenvolvendo papel importante para a sociedade e economia do Brasil (IBRAM, 2020).

Dentre os principais estados brasileiros produtores de minério de ferro estão Minas Gerais e Pará. A empresa Vale S.A. corresponde a 71,90% no valor total da comercialização da produção mineral da substância, com usinas em Minas Gerais e Pará. Seguido da CSN – Mineração, com 10,15% de contribuição na produção, com usina em Minas Gerais. Posteriormente, dentre as principais empresas, seguem a ordem pela produção, a empresa Anglo American Minério de Ferro Brasil S.A. (7,19%), Mineração Usiminas S.A. (2,23%), Vallourec Mineração Ltda. (1,27%), todas com as usinas no estado de Minas Gerais (ANM, 2020). A localização das minas (metálicos) com produção bruta de minério acima de 1.000.000 de toneladas em 2019 no Brasil, é apresentada na Figura 2.1.

Percebe-se a grande quantidade de minas de ferro com alto potencial de produção. Assim, o minério de ferro continua sendo o mineral mais produzido no Brasil, segundo dados do 1º trimestre de 2021 do IBRAM, com 69,9% de participação no faturamento do setor mineral. O ferro segue como o líder de exportações dos produtos de origem mineral, com mais de 80 milhões de toneladas até primeiro trimestre de 2021, sendo os principais destinos China, Malásia, Japão, Holanda, Coreia do Sul e Omã (IBRAM, 2020).

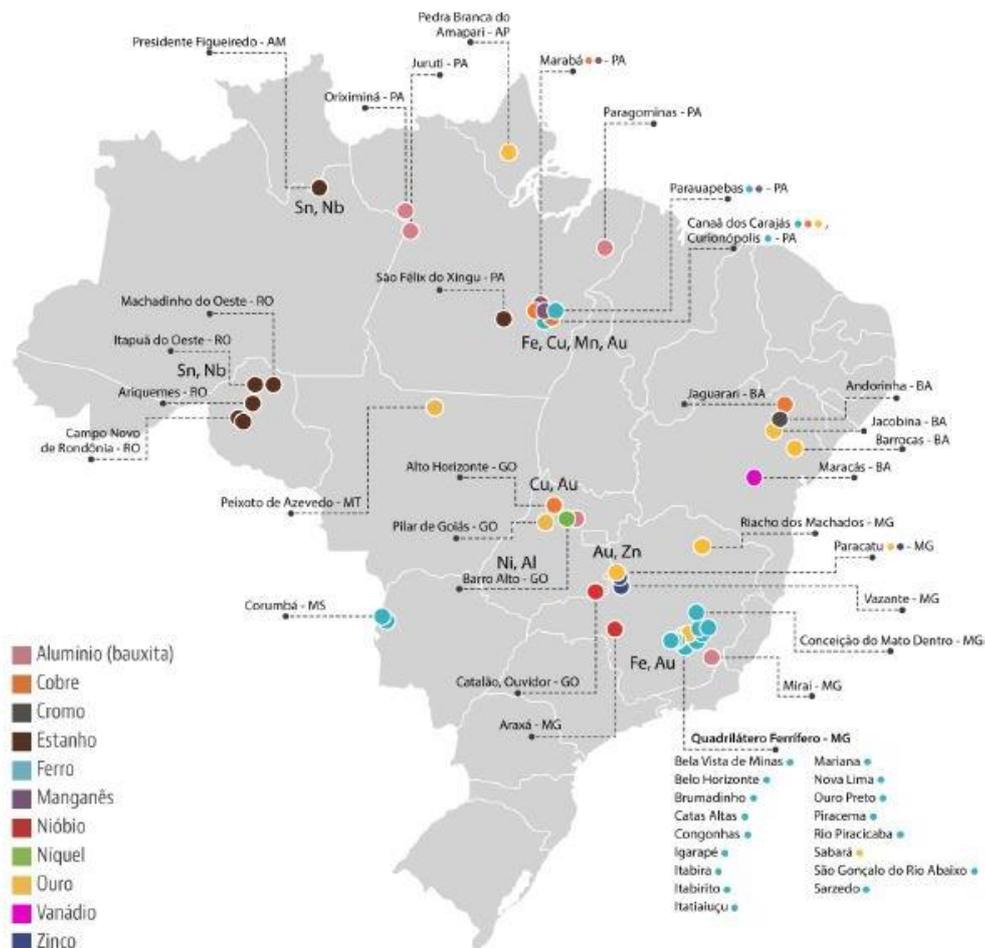


Figura 2.1 - Localidade das minas com produção bruta maior que 1.000.000 de toneladas (ANM, 2020, p. 9)

Ainda segundo o IBRAM (2020), a China corresponde ao principal destino de exportação do minério de ferro brasileiro, assim como, de outros minerais como, cobre, manganês e bauxita. O país também tem a mineração como uma atividade expressiva, produzindo mais de 60 tipos de bens minerais no ano de 2018, totalizando em mais de 4,15 bilhões de toneladas, de minério de ferro, metais não ferrosos, metais preciosos, minerais e rochas industriais e energéticos. Entre os 20 maiores produtores de ferro no ano de 2019, cita-se nesta ordem, Austrália, Brasil, China e Índia (WMD, 2021). Contudo o custo de produção do minério de ferro Chinês é muito elevado, não compensando, pois o teor de ferro é relativamente baixo, com cerca de 33%, tornando-se relevante a importação de ferro para o país, que é um mineral muito utilizado em diversas indústrias que contribuem na economia chinesa.

Como dito anteriormente, a Austrália é a maior produtora de minério de ferro, e suas maiores reservas deste mineral, fontes da maioria de suas exportações, encontram-se na porção ocidental

do continente, especialmente na região de Pilbara, no noroeste do estado da Austrália Ocidental (Western Australia). Sendo o país que mais compete com o Brasil em termos de exportação, teor de minério, custos de mina, custos de negócios e custos econômicos (CARVALHO *et al*, 2014). Ainda assim, o teor de ferro encontrado no minério brasileiro é o maior do mundo, produzido no Complexo S11D Eliezer Batista, no município de Canaã dos Carajás no Pará, com 66,7% de pureza (VALE, 2021b)

2.2 REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO

A ABNT NBR 13028 (2006), define rejeito como “todo e qualquer material não aproveitável economicamente, gerado durante o processo de beneficiamento de minérios”. Suas características mineralógicas, geotécnicas e físico-químicas variam em função do material lavrado e dos processos empregados no beneficiamento do mesmo, que podem gerar rejeitos granulares (partículas com granulometria de areias médias e finas), ou lamas (partículas com granulometria de siltes e argilas). Tendo como destinação final, geralmente, em barragens de contenção de rejeitos (GALHARDO, 2015).

De acordo com Machado (2007), é característico encontrar uma grande quantidade de lama nas barragens brasileiras. Visto que, os rejeitos se constituem pela presença de duas fases: sólida e líquida (no beneficiamento úmido). Ficando assim dispostos debaixo d'água em barragens, e normalmente, contém de 30% a 50% de materiais sólidos e aproximadamente, 60% de água (HERNANDEZ *et al.*, 2005; ARISTIMUNHO & BERTOCINI, 2012). MARTINS & BORGES (2002) complementam que são despejadas em bacias de rejeitos sob forma de lamas, em torno de 20% da alimentação diária, possuindo teores mais elevados de ferro e teores inferiores de sílica em comparação aos da alimentação.

A produção de ferro no ano de 2019, na Austrália alcançou 573 milhões de toneladas, o Brasil atingiu 257 milhões de toneladas e a China chegou a 223 milhões de toneladas de ferro. Além dos demais países, considerando somente os três maiores produtores, chega-se a 1 bilhão de ferro produzido. Considerando isto, no processo de beneficiamento do minério bruto, geralmente obtém-se metade de minério com valor econômico e o restante rejeitos, ou seja, praticamente 500 milhões de rejeitos foram gerados (WMD, 2021).

Em decorrência da grande demanda de minério de ferro mundialmente, rochas com baixos teores de ferro passaram a ser lavradas, o que resultou em maior quantidade de rejeitos gerada,

demandando barragens de contenção com tamanhos cada vez maiores para disposição. Contudo, muitos rejeitos já descartados e armazenados em algumas barragens podem apresentar alta concentração de ferro, podendo ser superior a alguns teores de minérios que acabam sendo lavrados atualmente por empresas minerárias no Brasil (ANDRADE, 2014).

Wolff (2009), apresentou uma caracterização dos rejeitos oriundos do processamento mineral de sete usinas de beneficiamento da empresa Vale S.A. Um dos ensaios realizados, foi a determinação do teor total de ferro dos rejeitos de nove minas diferentes pesquisadas, através de análise por Espectrometria de Plasma, obtendo concentrações de ferro que variam de 44,3% a 64%, como mostra Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Teores de ferro em rejeitos.

Minas	Amostra(s)	% Fe
Mina de Brucutu	Brucutu	44,8
	RH-CF	56,3
Mina do Córrego de Feijão	RIL-CF	46,5
Mina de Conceição	Conceição	44,3
Mina do Cauê (*)	Cauê	45,6
Mina de Fábrica Nova	Fábrica Nova	53,4
Mina de Alegria IBII e IBIII	AL-RH	51,8
	AL-RI	48,6
Mina de Carajás	Carajás	64,0

Fonte: (Adaptado de Wolff, 2009).

A partir disso, fica evidente que muitos rejeitos dispostos em barragens ainda apresentam um elevado potencial. Borges (2008) ressalta que esse reaproveitamento dos rejeitos existentes em barragens já desativadas, vem apresentar considerável viabilidade econômica e ambiental. Para isso, é imprescindível a caracterização minuciosa dos rejeitos, propiciando a viabilidade do reaproveitamento, seja como subproduto na própria usina de beneficiamento, seja em outro setor industrial.

2.2.1 Características Geotécnicas

As propriedades geotécnicas de rejeitos de mineração se relacionam com: origem do minério lavrado, processo submetido para extração do minério, local e idade da jazida, tipo de minério, processo de beneficiamento, forma de disposição e armazenamento, entre outros (CARNEIRO, 2020). Logo, na caracterização física do rejeito, considera-se que é resultante de sucessivos processos físicos e químicos, não havendo necessariamente correlação entre a distribuição

granulométrica das partículas sólidas e a sua composição mineralógica, como ocorre nos solos naturais (BARBOSA *et al.*, 2003 *apud* CARNEIRO, p.27, 2020).

Fourie & Verdugo (2022) comentam, que os rejeitos podem ser considerados como solos artificiais, pois derivam-se de diferentes minérios de origem e/ou diferentes processos de extração mineral, manifestando muitas vezes diferenças significativas. Assim como, podem variar de solos argilosos a arenosos, e algumas vezes podem apresentar propriedades fora do entendimento para a engenharia geotécnica convencional (por exemplo, rejeitos de níquel laterítico). Reddy & Rao (2016) complementam, que pelo fato de os rejeitos corresponderem a um material geotécnico, suas propriedades são similares aos solos, ou seja, devem ser analisados parâmetros de granulometria, massa específica, limites de consistência, composição química, resistência ao cisalhamento, dentre outros. Tornando possível a análise do comportamento do material e potencialidades de aplicações.

2.2.1.1 Granulometria

A distribuição granulométrica de um material visa determinar e classificar as frações correspondente aos diferentes tamanhos de partículas (ANDRADE, 2014). No caso de rejeitos de mineração, essa determinação da curva granulométrica traz incertezas, possibilitando somente definir uma faixa de variação, que geralmente apresenta frações de grãos do tamanho de siltes (entre 0,002 mm e 0,06 mm) (SCHNAID *et al.*, 2015).

Esta predominância de partículas de ferro com pequenos diâmetros, é resultado do processo de beneficiamento do minério, onde a separação magnética tende a retirar maior quantidade de partículas de diâmetros maiores, e os grãos de menor diâmetro ficam retidos entre as frações sem propriedade magnéticas, justificando rejeitos com maiores quantidades de siltes (HERNANDEZ, 2002). Presotti (2002) complementa, que na análise granulométrica de rejeitos de minério de ferro, é comum a proporcionalidade entre quantidade de partículas finas e o teor de ferro, ou seja, quanto mais frações finas maior tende a ser o teor de ferro encontrado, além de um aumento na massa específica na mesma proporção.

Guimarães (2011), realizou ensaios de filtragem em bancada com amostras de rejeitos das principais usinas de ferro do Quadrilátero Ferrífero, da empresa Vale S. A., com a finalidade de disposição dos rejeitos em pilhas. O autor realizou caracterizações das amostras de rejeitos oriundas de diferentes etapas do beneficiamento do minério de ferro. Na Figura 2.2, é apresentado um resumo das extensões das curvas granulométricas predominantes dos principais rejeitos estudados pelo autor: rejeitos de concentração magnética, rejeitos de flotação e lamas.

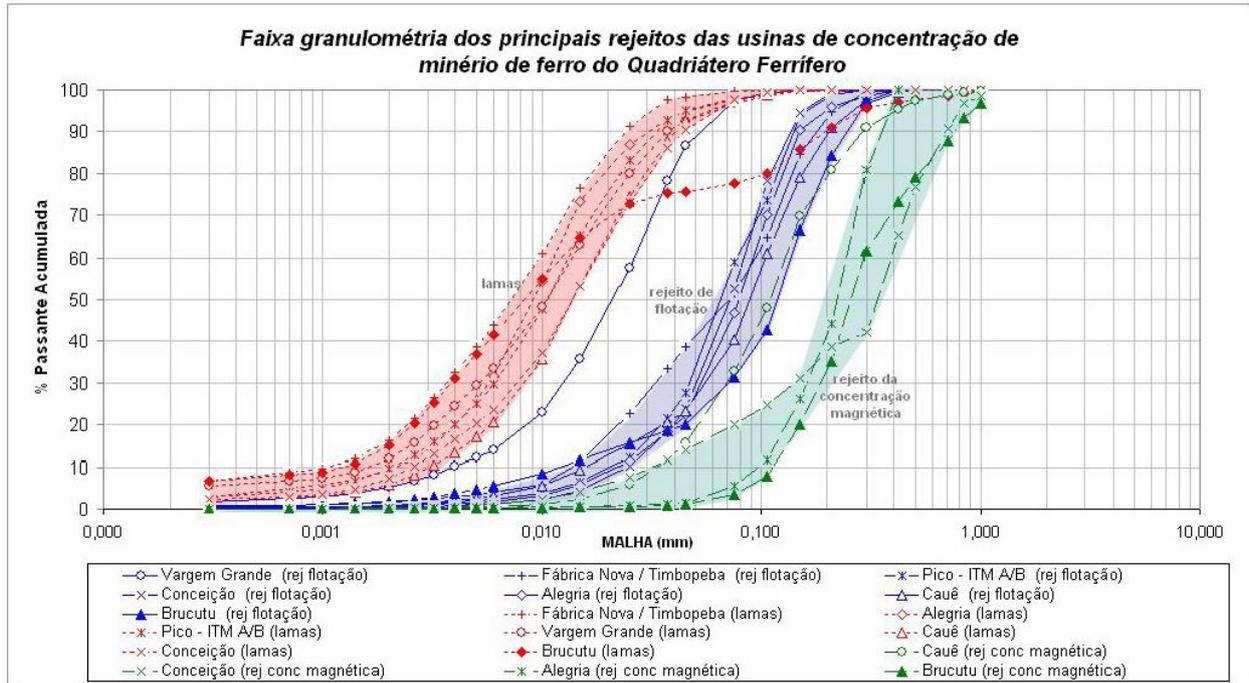


Figura 2.2 - Curvas granulométricas dos rejeitos de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero (Guimarães, pg. 61, 2011)

A partir destas curvas, é possível observar a grande concentração de frações finas em rejeitos de lama, e também uma considerável fração fina no rejeito de flotação. Assim como, uma maior distribuição do rejeito de concentração magnética, entre partículas finas e granulares (areias). Wolff (2009), também realizou a caracterização de rejeitos de diversas minas da empresa Vale S.A., entre elas, a mina de Carajás, no estado do Pará. Sendo encontrado neste rejeito que 75% corresponde a partículas menores que 0,01mm, evidenciando a prevalente fração de finos nos rejeitos de minério de ferro brasileiros.

2.2.1.2 Massa específica

De acordo com Carneiro (2020), essa característica física, corresponde a massa específica dos grãos que constituem o material, neste caso, o rejeito. Os quais geralmente apresentam valores maiores em comparação aos solos naturais, visto que, nos rejeitos há uma concentração de óxidos, que tem uma massa específica mais alta, em relação a massa dos minerais como quartzo e caulinita, predominante nos solos naturais.

À vista disso, pode-se dizer que a massa específica dos rejeitos de minério de ferro está vinculada ao teor de ferro presente nos mesmos. Considerando que estes rejeitos são compostos basicamente de partículas de quartzo, hematita e outros minerais, é possível estabelecer uma faixa de variação da massa específica dos grãos deste material. Este intervalo corresponde ao extremo máximo de

5,25 g/cm³, resultante da massa específica das partículas de ferro, e extremo mínimo de 2,65 g/cm³, decorrente da massa específica dos grãos de quartzo (PEREIRA, 2005).

Vale ressaltar, que Presotti (2002), realizou a relação entre massas específicas e teores de ferro para rejeitos de minério de ferro da Pilha de Monjolo. Constatando, a forte tendência de proporcionalidade no aumento do valor da massa específica do material, com o aumento do teor de ferro encontrado para o rejeito em diferentes regiões da Pilha. A seguir a Tabela 2.2 apresenta os resultados de massa específica para diferentes amostras de RMF, coletadas em diferentes sistemas de contenção da região do Quadrilátero Ferrífero.

Tabela 2.2 - Massa específica dos grãos em rejeito de minério de ferro

Amostra	ρ_s (g/cm ³)
1	3,395
2	3,266
3	3,337
4	3,411
5	3,945
6	3,806
7	4,796
8	3,630
9	4,152
10	3,366
11	3,397
12	2,923

Fonte: (Adaptado de Pereira, 2005, pg. 79)

Com os resultados encontrados pelo autor, percebe-se a concordância com a faixa de variação antes citada. Diversos autores que vem pesquisando o rejeito de minério de ferro, também obtiveram massas específicas dentro deste intervalo, como: 2,90g/cm³ (Rezende, 2013); 2,75g/cm³ (Telles, 2017); 3,10g/cm³ (Albuquerque Filho, 2004); 3,80g/cm³ (Guimarães, 2011).

2.2.1.3 Limites de Consistência

Segundo a ABNT NBR 6502 (1995), os limites de consistência correspondem aos “teores de umidade limites entre os vários estados de consistência dos solos argilosos”. Logo, os limites de Atterberg indicam a influência das partículas finas argilosas no comportamento do solo (SOTOMAYOR, 2018). Representando importante papel na previsão de propriedades da engenharia, como expansão, retração e resistência, como também, na identificação e classificação dos materiais (GORE *et al.*, 2016 *apud* BRUSHI, pg. 36, 2020).

Como pode ser observado no subitem 2.2.1.2, os rejeitos de minério de ferro geralmente apresentam predominância de grãos finos, no entanto, com maiores frações do tamanho silte, e menores quantidades de partículas do tamanho argila. Almeida (2005) ressalta que solos siltosos apresentam baixa ou nenhuma plasticidade, como foi encontrado para diversos estudos com rejeito de minério de ferro, caracterizado como um material que não apresenta plasticidade (SOTOMAYOR, 2018; FERRANTE *et al.* 2016; LARA *et al.* 2018; BOSCOV, 2008; GALHARDO, 2015; BENTO, 2017).

2.2.1.4 Resistência ao cisalhamento

Segundo Souza Pinto (2006), “resistência ao cisalhamento de um solo define-se como a máxima tensão de cisalhamento que o solo pode suportar sem sofrer ruptura, ou a tensão de cisalhamento do solo no plano em que a ruptura ocorrer”. Os rejeitos de mineração em sua maioria apresentam resistência de pico mobilizada em pequenas deformações axiais, geralmente com menos de 1% de deformação, seguidos de ligeira perda da resistência. Apresentando assim, alta fragilidade e rápida perda de resistência (FOURIE & VERDUGO, 2022).

Conforme expõe os autores, Lambe & Whitman (1979) e Souza Pinto (2006), a maior parcela de resistência ao cisalhamento de um solo é em decorrência do atrito entre as partículas do material, chamada de resistência friccional. Essa resistência se relaciona com o ângulo de atrito. O qual é dependente da força normal aplicada e corresponde no máximo ângulo que a componente tangencial pode exercer em relação à força normal ao plano, sem que ocorra o deslizamento. Para níveis de tensões similares, os rejeitos de mineração tendem a apresentar ângulos de atrito efetivos maiores que solos naturais. Somado a essa resistência pelo atrito entre os grãos, alguns solos apresentam uma parcela de resistência oriunda da coesão, a qual, não depende das tensões normais aplicadas, mas da atração química entre partículas (LAMBE & WHITMAN, 1979).

Quanto aos valores típicos encontrados para o ângulo de atrito dos rejeitos de mineração, compreende-se em um intervalo de 30° a 40°, considerando que o fator que mais interfere neste parâmetro é o nível de tensões analisado (SCHNAID *et al.*, 2015). No caso de rejeitos cimentados percebe-se crescimento da parcela coesiva, gerada pela cimentação que vincula os grãos, obtendo valores entre 30 e 200 kPa (PRESOTTI, 2002; SOTOMAYOR, 2018; JASKULSKI, 2022; FOURIE & VERDUGO, 2022).

2.2.2 Composição Química e Mineralógica

Em relação a composição química e mineralógica, seja dos solos naturais, seja dos rejeitos beneficiados, são ligados diretamente a composição da rocha de origem e dos diferentes processos de intemperismo sofrido. Exercendo influência no comportamento mecânico e hidráulico dos materiais granulares (PEREIRA, 2005). Existe uma gama de minerais existentes nas rochas de origem dos minérios. O ferro faz parte da composição de diversos minerais, no entanto, apenas alguns podem ser explorados economicamente, seja pela concentração ou distribuição desses minerais nas rochas que compõem os minérios. Dessa forma, os minérios de ferro beneficiados podem ser classificados segundo a composição química do mineral gerador do elemento metálico. Sendo classificados em: óxidos, carbonatos, sulfetos e silicatos. Onde somente a exploração dos óxidos se apresenta expressivo economicamente para aquisição do ferro (CARVALHO *et al.* 2014).

Nos minérios de ferro predominantemente explorados no Brasil, encontram-se principalmente minerais como a hematita (Fe_2O_3), e itabirito (formações ferríferas compostas de hematita e quartzo). Wolff (2009), complementa que os minerais ligados aos rejeitos de minério de ferro, normalmente, correspondem a caulinita, gibbsita, goethita, hematita, magnetita e quartzo. A Tabela 2.3 e Tabela 2.4 apresentam respectivamente, um panorama da composição química desses rejeitos, de acordo com pesquisas realizadas por diferentes autores, e a composição química dos minerais geralmente encontrados em rejeitos de minério de ferro.

Tabela 2.3 – Compilado da composição química do RMF.

Autor / Origem	Fe₂O₃ (%)	SiO₂ (%)	Al₂O₃ (%)	Na₂O (%)	MnO (%)	CaO (%)	Ti₂O (%)	K₂O (%)	MgO (%)
Duan et al.,2016/ China	12,3	34,7	16,22	0,54	0,13	7,63	0,3	1,52	8,92
Pedroso, 2020/ Brasil	48,1	41,9	6,3	-	0,1	0,2	-	0,2	-
Elói, 2020/ Brasil	67,4	21,5	9,1	-	-	0,1	0,3	0,2	0,2
Andrade, 2014/ Brasil	59,04	36,1	3,45	1,41					
Zhang et al., 2006/ China	11,6	73,27	4,07	0,41	0,32	3,04	0,15	0,95	4,22
	29,51	34,86	7,42	2,15	0,13	8,51	0,64	0,37	3,68
Yao et al., 2020/ China	22,06	5,8	62,04	0,52	-	4,27		-	3,4
Liu et al., 2010/ China	17,31	79,77	1,34	0,13	0,04	0,34	-	0,16	0,68

Tabela 2.4 – Compilado da composição mineralógica em RMF.

Mineral	Fórmula química	Composição
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	$\text{Al}_2\text{O}_3 = 39,50\%$ $\text{SiO}_2 = 46,50\%$ $\text{H}_2\text{O} = 14\%$
Gibbsita	$\text{Al}(\text{OH})_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3 = 65,40\%$ $\text{H}_2\text{O} = 34,60\%$
Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 90\%$ $\text{H}_2\text{O} = 10\%$
Hematita	Fe_2O_3	$\text{Fe} = 70\%$ $\text{O} = 30\%$
Magnetita	Fe_3O_4	$\text{FeO} = 31\%$ $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 69\%$
Quartzo (sílica)	SiO_2	$\text{Si} = 46,74\%$ $\text{O} = 53,26\%$

Fonte: (Adaptado de Machado *et al.*, 2003 *apud* Andrade, 2014, pg. 7)

De modo geral, percebe-se a evidência na maioria das pesquisas de alguns compostos, considerados como os principais constituintes do rejeito de minério de ferro: Fe_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , TiO_2 , MgO , CaO e K_2O . Ficando perceptível a predominância de porcentagens maiores entre óxidos de silício, de ferro, e alumínio. A disparidade das porcentagens de cada composto nos rejeitos apresentados, se alicerça na justificativa supracitada e apresentada por Pereira (2005).

2.2.3 Aplicabilidades na Geotecnia

Diversos estudos ao longo dos anos demonstram a grande potencialidade de utilização do rejeito de minério de ferro, para produção de cimento, concreto e materiais cimentícios. Apresentando propriedades físicas, mineralógicas e mecânicas similares à um aglomerante, além da grande disponibilidade do rejeito e baixo custo do mesmo, tornando atrativa sua aplicação (PEDROSO, 2020).

Refletindo no grande interesse de implementação desses materiais alternativos no setor geotécnico, tanto pela economia como por questões ambientais, visto que, muitas obras de engenharia e produção de indústrias acabam acarretando problemas para o meio ambiente. Assim, diversos estudos com o uso do rejeito para área de geotecnia vêm sendo desenvolvidos, aplicando o mesmo para estabilização, melhoramento ou reforço em obras geotécnicas (CARNEIRO, 2020). Vale ressaltar, a relevância que se torna em reaproveitar um resíduo no próprio setor gerador do mesmo. A Tabela 2.5 apresenta um epítome de diversas pesquisas referentes às possíveis formas de reaproveitamento/valorização do rejeito de minério de ferro em aplicações geotécnicas.

Tabela 2.5 - Aplicabilidades do rejeito de minério de ferro em geotecnia

Autor	Aplicação geotécnica
Vergara, 2012	Filtros de barragens de terra
Vilela et al. 2020	Produção de tijolos de solo-cimento
Grasse et al. 2019	Camadas de base e sub-base
Oliveira, 2013	Camadas de base e sub-base e Construção de aterros
Kuranchie et al. 2016	Aterros estruturais
Santos, 2018	Reaproveitamento em Obras geotécnicas
Carneiro, 2020	Taludes, estradas não pavimentadas, e aterros
Rodrigues, 2018	Melhoramento de Solos

A potencialidade no reaproveitamento dos rejeitos para aplicações em diversas áreas na engenharia, é resultado da variabilidade das propriedades normalmente encontradas nos rejeitos. Tornando-se imprescindível uma minuciosa caracterização do material, verificando suas possibilidades de aplicações, a fim de que, metodologias específicas sejam estabelecidas conforme o uso. Dessa forma, são analisados se os rejeitos atendem ou não àquela aplicação específica, contribuindo para o compilado de características e comportamento encontrados no material (SOSA, 2016).

Diante da explanação das propriedades, comportamento e aplicações inerentes aos rejeitos de minério de ferro in natura, se faz primordial o entendimento do método de estabilização química empregue aos materiais de origem geotécnica, conforme aborda a próxima seção.

2.3 ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA APLICADA A MATERIAIS GEOTÉCNICOS

De acordo com Mitchell (1994), a estabilização de solos corresponde à aplicação de métodos que melhorem as propriedades mecânicas do material, de preferência, propriedades que intervenham na resistência, deformação, permeabilidade e durabilidade. Caicedo (2020), acrescenta que a definição da técnica de estabilização provém de muitos fatores, destacando, os requisitos do projeto, características do solo a serem melhoradas, disponibilidade de recursos financeiros, e geração de impactos ambientais.

Dentre os métodos de estabilização de solos, ressalta-se: a compactação e correção granulométrica (mecânica); a alteração das propriedades através da ação da temperatura evaporação, entre outras (físicas); e a adição de estabilizantes químicos. Podendo adotar um destes métodos ou o conjunto deles, dependendo das propriedades a serem melhoradas segundo a aplicabilidade (BRITO & PARANHOS, 2017).

Sob o ponto de vista de estabilização química, quando o solo é submetido a este método, ele tem sua estrutura modificada, obtendo normalmente, uma maior resistência, menor compressibilidade e permeabilidade em relação ao solo in natura. Na incorporação destes estabilizadores em solos, reações químicas entre as partículas misturadas passam a ocorrer, as quais são decisivas para os resultados obtidos com o processo. Os estabilizadores comumente utilizados são o cimento Portland e cal, no entanto, podem ser adicionados, betumes, pozolanas, produtos industrializados e também resíduos industriais (MAKUSA, 2013).

Pesquisas realizadas com aglomerantes tradicionais adicionados em solos, são amplamente difundidas e analisadas para a área de geotecnia, com altas potencialidades e aplicações. Como por exemplo, na execução de fundações superficiais sobre solos moles, em fundações para evitar a retração, e recalques, para a proteção e construção de taludes, reforço em aterros, execução de camadas do pavimento, entre outros. Estas pesquisas vêm estudando o comportamento mecânico e as melhorias de diversas propriedades de solos perante as estabilizações, ressaltando, os trabalhos de Bittar Marín (2017), Dalla Rosa (2005), Leon (2018), Thomé (1994) e Consoli; Prietto; Ulbrich (1999).

2.3.1 Solos Estabilizados com Cimento Portland

O cimento Portland é considerado um dos estabilizadores mais antigos e utilizados, desde o início da técnica de estabilização de solos em 1960 (SHERWOOD, 1993 *apud* CAICEDO, 2020). Correspondendo a um aglomerante hidráulico primário, que não depende dos minerais constituintes do solo, mas, somente da presença de água para realizar o processo de reação cimentante. A água está disponível na maioria dos solos, propiciando o uso isolado do cimento para provocar a estabilização em diversos solos (MAKUSA, 2013). Coutinho (1973) complementa, que os cimentos são compostos pela junção de óxidos de cálcio, silício, alumínio e ferro, provenientes de calcário, argila e gesso. Sendo essencial a presença de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) para obtenção de produtos com altas resistências.

Para que a estabilização do solo com cimento Portland se suceda, duas reações químicas essenciais acontecem: a hidratação e as reações pozolânicas. Sendo atribuída a resistência do sistema pela presença de quatro compostos básicos nos cimentos: à base de silicatos (silicato tricálcico e silicato dicálcico), e à base de aluminatos (aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico) (BURRIS *et al.*, 2015, *apud* BRUSCHI, pg. 46, 2020). Assim, com a adição da água na mistura de solo-cimento, inicia-se a hidratação, que combina cálcio, sílica e água (C3S – silicato tricálcico e H₂O - água), resultando na formação do composto CSH (silicato hidratado de cálcio). Este é responsável pelos

ganhos iniciais de resistência da mistura, podendo apresentar um endurecimento em até três horas após a mistura (DORNELLES, 2020).

Na ocorrência da hidratação e endurecimento, do silicato dicálcico (C_2S), os ganhos de resistência se tornam mais lentos em relação ao silicato tricálcico, de uma a duas semanas após a estabilização. Já os compostos à base de aluminatos, são liberadas quantidades de calor nos primeiros dois dias de cura do cimento, oriundas do aluminato tricálcico (C_3A), que é encarregado do desenvolvimento inicial de resistência. Em contrapartida, o ferroaluminato tetracálcico (C_4AF) contribui muito pouco nos ganhos de resistência, visto que, se hidrata rapidamente e diminui a temperatura do clínquer (BERGADO *et al.*, 1996). A Figura 2.3 ilustra esse processo de formação dos compostos de C-S-H e hidratos de cálcio, com base na hidratação do C_3S e C_2S (principais responsáveis pelo ganho de resistência).

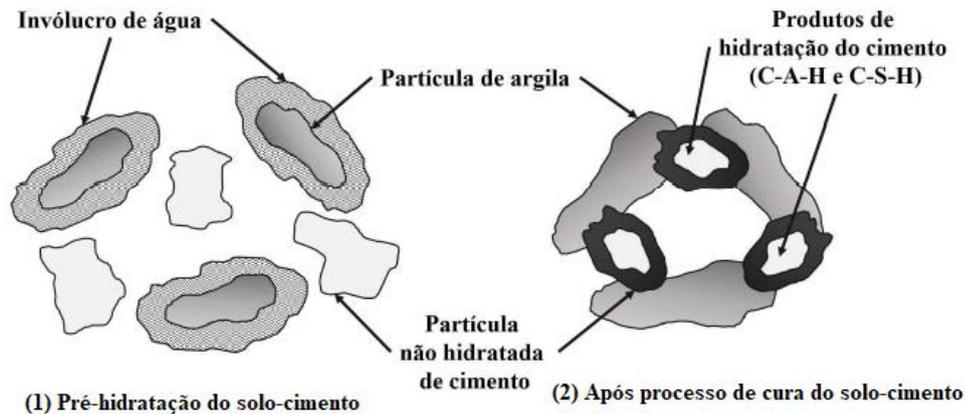


Figura 2.3 - Processo de hidratação em solo estabilizado com agente cimentício (Adaptado de FITZPATRICK *et al.*, 1994 *apud* BRUSHI, pg. 47, 2020)

De acordo com Makusa (2013), o processo de hidratação pode ser afetado pela presença de corpos estranhos ou impurezas, pela relação água-cimento, pela temperatura de cura, pela presença de aditivos e a superfície específica da mistura. O hidróxido de cálcio resultante da hidratação, reage posteriormente com materiais pozzolânicos disponíveis no solo estabilizado, produzindo mais reações cimentícias.

As reações pozzolânicas são responsáveis pelos ganhos de resistência em escalas maiores de tempo, podendo levar meses e até anos para estabilizarem completamente (DUXSON *et al.*, 2007). Seu mecanismo corresponde essencialmente na condução de hidróxido de cálcio, por meio da água, gerando reações com os silicatos e/ou aluminatos presentes nos minerais do solo (ZHANG *et al.*, 2013). Nessas reações formam-se compostos de silicato de cálcio e aluminato de cálcio que

desenvolvem resistência. Tendo como premissa em sua concepção mais generalizada, as reações ácido-base, que são provenientes do ataque químico dos íons OH^- da dissolução do $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (componente básico), às ligações alumino-silícicas (componentes ácidos). Estas se encontram em condição de elevada desordem estrutural dentro das pozolanas (fase de vidro), ocasionando a quebra das ligações Si-O e Al-O , e a liberação de oxianions para a solução, assim como, uma alta concentração de íons SiO_3^{2-} e AlO_2^- na solução. Com a dissolução da fase vítrea da pozolana, sucedem as reações da cal com a sílica, formando os géis de C-S-H e C-A-H, que possuem a capacidade de cimentar as partículas (DUXSON; LUKEY; VAN DEVENTER, 2007; MALEK *et al.*, 2005;). A Figura 2.4 esquematiza as reações pozolânicas juntamente com o processo de hidratação, a formação desses géis, e a interação desses com solo.

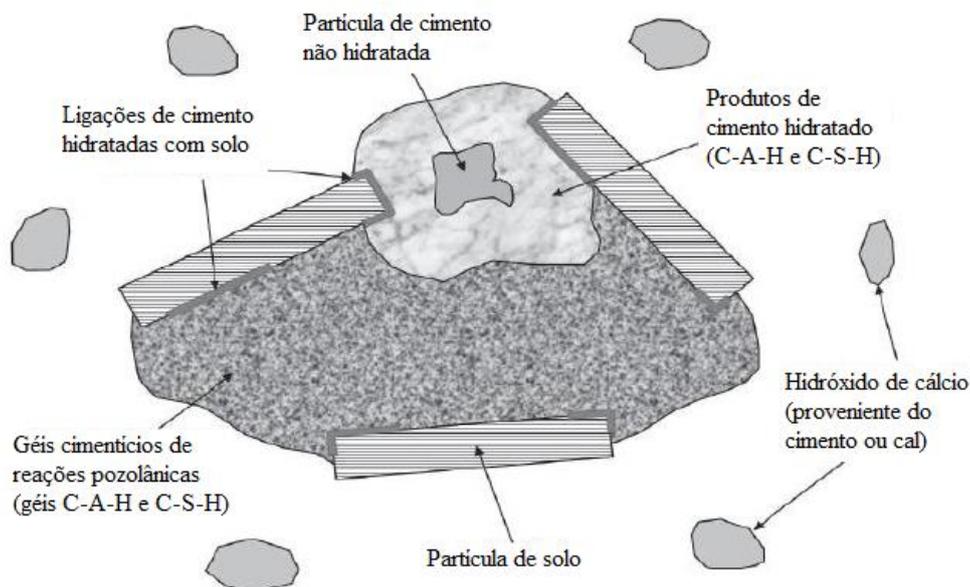


Figura 2.4 - Reações pozolânicas em estabilizações de solo-cimento (Adaptado de Sargent, 2015)

Com a ocorrência dessas reações pozolânicas, o material torna-se mais rígido, e mais resistente a dissolução e à erosão. Assim como, apresenta menor suscetibilidade à retração e expansão, diminuindo a plasticidade e permitindo a modificação da curva granulométrica do solo (WILKINSON; HAQUE; KODIKARA, 2010; DORNELLES, 2020).

Mukesh e Patel (2012), evidenciam que uma das maiores diferenças entre a adição de cimento e cal na estabilização de solos, se encontra no fato do cimento ser constituído de sílica, alumina e cálcio, conseguindo produzir reações pozolânicas na maioria dos solos, precisando somente da água. No caso da cal, que não possui como componente em estado amorfo, a sílica e alumina,

requer que o solo misturado apresente estas propriedades, para que assim, a quebra das partículas do material ocorra, e conseqüentemente as reações também.

2.3.2 Solos Estabilizados com Materiais Alternativos

O setor de fabricação do cimento é considerado um dos principais geradores de gases contaminantes para a atmosfera, como o dióxido de carbono (CO₂). Este corresponde ao gás mais abundante dos gases do efeito estufa, sendo o principal contribuidor do aquecimento global. Sendo resultante da calcinação de matérias-primas para a produção de cimento e da queima de combustíveis necessários para manter altas temperaturas do forno. Vale destacar, que a indústria de cimento contribui com aproximadamente 7% do total mundial de emissões de CO₂ (ALI *et al.*, 2011). Posto isto, torna-se um dos objetivos mais importantes da área acadêmica e industrial, a busca de soluções que proporcionem a redução da quantidade total de CO₂, diminuindo os problemas ambientais e contribuindo para a sustentabilidade.

Além de soluções que diminuam a geração de CO₂ nas próprias fábricas de cimento, possibilidades muito comumente investigadas, são o uso de materiais alternativos, que apresentem características cimentícias similares aos convencionais. Simultaneamente, observa-se o aumento acelerado da geração de resíduos industriais, procedentes do desenvolvimento socioeconômico e novas tecnologias. No entanto, essa grande demanda pode resultar em graves problemas ambientais, caso não haja um gerenciamento adequado dos mesmos. Com intuito de atenuar esses dois impasses principalmente ambientais, e assim, colaborar com a sustentabilidade e desenvolver novos materiais para área geotécnica, uma gama de estudos vêm utilizando os resíduos industriais como um novo material para substituição do cimento.

Podendo citar autores como Consoli *et al.* (2001, 2002, 2009, 2018, 2021a), Festugato (2008), Ibeiro (2007), Moreira (2020), Yazici (2004) e Saldanha *et al.* (2021), que estudaram a adição de diferentes resíduos em substituição parcial ou total do cimento Portland na estabilização de solos. Dentre os resíduos pesquisados estão: a cal de carbureto, cinza volante, escória de alto forno, vidro moído, cinza de carvão, cal da casca do ovo, e resíduo da reciclagem de papel. Estes estudos tiveram intuito de obter melhoramento de diversas propriedades dos solos analisados. Assim como, investigar o comportamento mecânico dessa estabilização e a capacidade de carga de fundações utilizando esta técnica. Ressaltando grandes potencialidades de aplicação na área geotécnica, da maioria dos resíduos pesquisados.

2.3.2.1 Escória de alto forno

Nessa perspectiva, evidencia-se a relevância do uso de resíduo industrial, como a escória de alto forno (resíduo da produção de ferro gusa), o qual atualmente já pode ser considerado um subproduto da construção civil. A aplicação das escórias é difundida a mais de 100 anos, tendo seu primeiro relato, em 1862, quando Eugene Langen constatou em seu estudo que escórias básicas moídas e misturadas com cal hidratada, apresentavam propriedades cimentícias com grandes potencialidades (LIMA, 1999 *apud* SANT'ANA, p.3, 2003).

As escórias são subprodutos da fabricação do ferro gusa em alto-forno, onde a fusão da ganga (minério de ferro + impurezas) e dos fundentes (coque ou carvão vegetal) originam através de reações químicas as escórias de alto forno. A separação do ferro gusa e da escória, ocorre em função das diferenças de densidade, ficando a escória na parte superior sendo transportada para seus locais de resfriamento (SANT'ANA, 2003). Nesse resfriamento, quando submetida a condições bruscas (rápidas) através de jatos de água sob alta pressão, obtém-se escórias granuladas. Estas apresentam propriedades hidráulicas latentes, uma estrutura vítrea, sendo geralmente usada como aglomerante junto com o cimento, pois é reativa no contato com a água. Já as escórias brutas são resultantes do resfriamento lento ao ar livre, que formam distintas fases cristalinas e inexistência de propriedades hidráulicas, sendo não reativa em contato com água. Seu uso é difundido como agregado inerte em pavimentação de estradas e apresenta composição granulométrica em torno de 12,5 a 150 mm (VELTEN *et al.* 2006).

A composição química das escórias é diretamente ligada à qualidade do minério de ferro usada em sua produção, à natureza do fundente, do combustível e do ativador da redução, entre outros fatores (MARQUES, 1994). Basicamente, é composta de óxidos de cálcio (CaO), silício (SiO₂), alumínio (Al₂O₃) e magnésio (MgO), apresentando menores quantidades dos demais compostos químicos (ARCELORMITTAL TUBARÃO, 2019). Em relação ao teor de óxido de cálcio, classifica-se as escórias, como básica, com teor de CaO elevado (40-45%), ou ácida, com menor teor de CaO (24-39%). Podendo ser relacionada a reatividade das escórias com essa classificação de basicidade, visto que, muitos autores relataram essa proporcionalidade, ou seja, quanto mais básica for a escória maiores são as propriedades hidráulicas (SANT'ANA, 2003). A Tabela 2.6 apresenta um compilado das composições químicas de escórias brasileiras estudadas.

Tabela 2.6 – Compilado da composição química de EAF.

Componentes (% em peso)	Procedência e Autor					
	Usiminas - MG Battagin (1988)	Cosipa - SP Battagin (1988)	CSN - RJ Battagin (1988)	Serra - ES ArcelorMittal Tubarão (2019)	Madri - Espanha Jimenez;Lodeiro; Palomo (2015)	China Ren et al. (2017)
SiO ₂	35.15	33.85	32.90	36.2	37.42	33.53
Al ₂ O ₃	12.79	13.00	15.44	11.2	11.47	15.82
CaO	43.58	42.22	40.97	38.5	32.71	36.25
Fe ₂ O ₃	0.37	0.68	0.91	-	0.66	1.57
FeO	0.29	0.33	0.43	-	-	-
MgO	5.48	7.08	5.81	6.90	10.62	8.64
K ₂ O	0.45	0.70	0.73	0.44	1.19	0.54
Na ₂ O	0.13	0.21	0.19	0.27	1.47	0.32
TiO ₂	0.54	0.48	0.49	-	-	1.38
Mn ₂ O ₃	0.88	0.69	0.86	-	-	-
SO ₃	0.05	0.12	-	-	2.96	-
S	1.1	0.67	1.03	-	-	0.84
Fe	0.07	0.13	0.25	-	-	-
Basicidade	Básica	Básica	Básica	Ácida	Ácida	Ácida

De acordo com John (1995), a aplicação da escória de alto forno para produção de cimento, teve início no Brasil no começo da década de 50, sendo o destino mais relevante dado pela indústria siderúrgica produtora de escória. Visto que, a substituição parcial do clínquer na produção do cimento por um material alternativo, equivale a vantagens econômicas, energéticas e também reduz o impacto ambiental da produção de cimento. Proporcionando uma diminuição da formação de gases (CO₂), gerando economia de energia devido à redução do calor de produção de clínquer, preservando recursos naturais, e correspondendo a uma ação sustentável (SHI & QIAN, 2000). REN *et al.* (2017) complementa que a valorização da escória de alto forno é benéfica não apenas para a economia, mas também para uma siderúrgica ecologicamente correta.

Seu uso é pouco difundido no setor geotécnico, com escassez de pesquisas em misturas com os solos, em contrariedade uma gama de estudos é realizado com uso da escória na produção de materiais de construção civil, como cimento, concreto, blocos, argamassas, entre outros (SHI e QIAN, 2000; ALMEIDA, 2014; ARAÚJO JÚNIOR, 2019; CECHIN, 2021). No entanto, algumas pesquisas podem ser ressaltadas, como a de Velten *et al.* (2006), que investigaram a resistência mecânica de misturas solo (areno-siltoso) – escória de alto-forno granulada moída e ativada com cal hidratada, para aplicações como camada de pavimentos de estradas florestais. Com porcentagens adicionadas de 5, 10 e 15 % na massa do solo, executando ensaios de compactação e de compressão não-confinada. Podendo constatar ganhos expressivos na resistência mecânica

com o aumento dos teores de escória. Sant'ana (2003), também estudou misturas de escória de alto forno granulada moída e solos argilo-arenosos, com as mesmas porcentagens de Velten *et al.* (2006). Concluindo a obtenção de ganhos significativos de resistência e durabilidade.

Diante disso, outros caminhos de aplicação da escória se expandem, como a álcali-ativação destes materiais, seja para uso em concretos, seja para uso em estabilização de solos. Já que, os materiais ativados alcalinamente são caracterizados por alta resistência mecânica e boa durabilidade, propriedades que dependendo dos materiais precursores e condições de cura, podem ser desenvolvidas em menor tempo do que outras técnicas alternativas (PUERTAS, 1995).

2.4 ÁLICALI-ATIVAÇÃO

A ativação alcalina consiste num processo químico, que permite a transformação de estruturas vítreas (parcialmente ou totalmente amorfas), conhecidas como precursores, em sistemas com propriedades cimentícias, através de uma dissolução alcalina. Consequentemente, essa ativação resulta em um material com características cimentícias, melhores em questão de resistência mecânica, com maior durabilidade e estabilidade, atingindo mais rapidamente essas propriedades do que as reações pozolânicas (PALOMO; GRUTZECKB; BLANCO, 1999).

De modo geral, este sistema é composto por um ligante álcali-ativado, que corresponde a junção de um precursor e um ativador alcalino. Os precursores são sólidos de aluminossilicatos, que podem ser, ricos em cálcio (*e.g.* escória de alto forno), ou pobres em cálcio (*e.g.* cinzas volantes). Os ativadores podem ser sólidos ou dissolvidos (*e.g.* hidróxidos alcalinos, silicatos, carbonatos, sulfatos, aluminatos ou óxidos), que fornecem cátions de metais alcalinos, resultando no aumento do pH da mistura de reação, acelerando a dissolução do precursor sólido (TORRES-CARRASCO & PUERTAS, 2017).

Conforme cita Xu & van Deventer (2000), as pesquisas sobre álcali-ativação, tem crescido muito desde a década de 1990 no mundo todo. Diversos desses estudos, utilizam o sistema baseado em desenvolver materiais com características aceitáveis conforme suas finalidades, empregando as matérias-primas disponíveis nos locais, a fim, de proporcionar uma estabilização/melhoramento ao material com uso da ativação alcalina. Sendo utilizados ao longo das últimas décadas para execução de obras da engenharia, com a produção de concretos álcali ativados, os quais evidenciam a viabilidade executiva desses materiais. A Figura 2.5 apresenta algumas construções usando o sistema de álcali ativação, mostrando primeiramente (a) Edifício residencial em Mariupol

na Ucrânia (1960), construído a partir de blocos pré-moldados de EAF álcali ativados por hidróxido (revestimento externo em gesso). Seguido (b) Edifício comercial de 6 andares construído com concreto utilizando cimento híbrido com escória de alto forno ativada por silicato de sódio (1988), e (c) Edifício de 24 andares construído com concreto de escória de cimento ativado por álcali em Lipetsk na Rússia (1994).



Figura 2.5 – Construções utilizando materiais álcali ativados (a) edifício residencial na Ucrânia (b) edifício comercial na China (c) edifício de 24 andares na Rússia (Provis & van Deventer, 2014)

Segundo a literatura sobre o tema, percebe-se a grande dificuldade quanto a nomenclatura clara para descrição destes materiais álcali ativados. Visto que, muitas nomenclaturas vêm sendo aplicadas para descrição destes materiais, como por exemplo, materiais ativados alcalinamente (MAA), cimentos alcalinos, aglomerante álcali-ativado, polímero inorgânico, geopolímero, entre outros. Entretanto, não é apropriado considerá-los sinônimos, uma vez que, existem divergências quanto o conceito de alguns deles. Logo, é possível analisar uma concordância quanto o uso de materiais ativados alcalinamente como um termo geral, que engloba a totalidade de materiais aplicados (DAVIDOVITS, 1991; DUXSON *et al.*, 2007).

Podendo afirmar, que os polímeros inorgânicos correspondem a um subgrupo dos materiais álcali-ativados, que constituem uma rede desordenada de silicatos como fase de ligação primária, necessitando de maior quantidade e grau de conectividade dos silicatos, em relação a química clássica de produtos de reação alcançado no cimento Portland (DUXSON *et al.*, 2007). Já segundo

Davidovits (1991), os geopolímeros, constituem um subgrupo dos polímeros inorgânicos, com uma estrutura altamente ordenada, e sua fase de ligação é composta basicamente de aluminossilicatos. Geralmente, com valores baixos de conteúdo de cálcio e uma estrutura inicialmente amorfa que se transforma em cristalina, mediante a reação com um hidróxido ou silicato alcalino aquoso bem concentrado. Duxson *et al.* (2007), complementa que os precursores normalmente utilizados na produção de geopolímeros são as cinzas volantes e argilas calcinadas. A fim de não confundir as nomenclaturas citadas, nesta pesquisa o termo utilizado corresponderá a materiais álcali-ativados, por considerar a terminologia que melhor representa este estudo.

A Figura 2.6 apresenta uma comparação dos materiais ativados alcalinamente com os cimentos Portland, e de sulfoaluminato, realizando uma classificação baseado nos teores de cálcio, alumínio e concentrações de metais alcalinos (Na e/ou K).

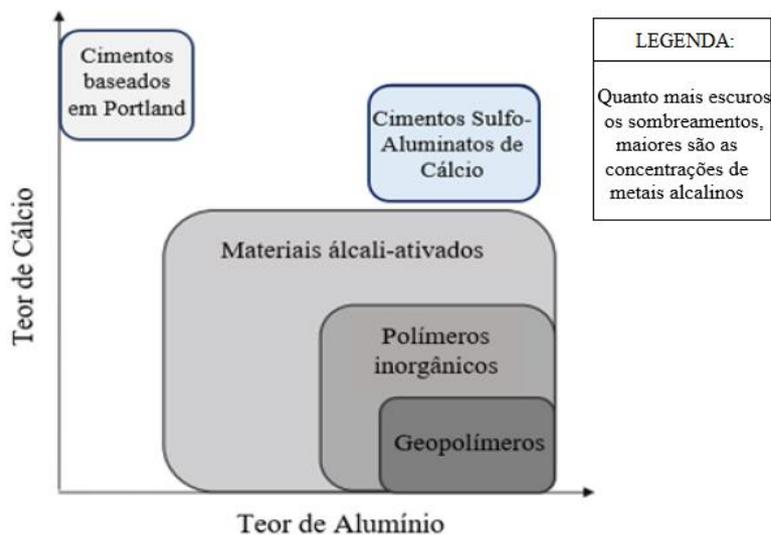


Figura 2.6 - Representação da classificação dos materiais álcali-ativados e cimentos (Adaptado de Van Deventer et al., 2010 *apud* Caicedo, p.69, 2020)

2.4.1 Materiais Precursores

A inserção de diversos tipos de resíduos, destacando os industriais, nos sistemas álcali-ativados, despertou tamanho interesse para pesquisadores e empresas geradoras. Pelo fato de incluir um subproduto gerado na fabricação de outros materiais, dando um destino a estes, e também proporcionar a diminuição de emissões de dióxido de carbono, que ocorre na produção de cimento Portland (CRISTELO *et al.*, 2013). Dentre os precursores utilizados neste sistema, citam-se os aluminossilicatos: escória de alto forno, cinza volante, cinza de casca de arroz, resíduos de vidro,

metacaulim e cinzas vulcânicas. No entanto, a capacidade reativa não é garantida pela posse de teores elevados de sílica e alumina nos materiais precursores, envolvendo muitos parâmetros como: (i) teor de material amorfo; (ii) superfície específica do material; (iii) teor de fase vítrea; e (iv) tamanho da partícula (DUXSON *et al.*, 2007).

Estes precursores compostos de sílica e alumina, comumente usados neste sistema de ativação alcalina, podem ser divididos de acordo com seu processo de geração, em dois grupos: materiais calcinados (*e.g.* escórias, resíduos de construção, cinzas volantes, cinza de casca de arroz e resíduos cerâmicos), e materiais não calcinados (*e.g.* caulinita, feldspato, argilas e rejeitos de processamento mineral) (SOFI *et al.*, 2007; ZHANG *et al.*, 2013).

Os sistemas álcali-ativados com precursores que sofreram o processo de calcinação, tendem a apresentar uma dissolução e formação dos géis mais acelerada, resultando em materiais com resistência à compressão inicial maior que os não calcinados. Este fato é resultado do aumento da reatividade, causado pelo processo de calcinação, o qual, modifica a estrutura cristalina para amorfa, que é facilmente dissolvida (ZHANG *et al.*, 2013). Em contrariedade, os precursores não calcinados apresentam ganhos de resistência mecânica em estágios posteriores à reação de álcali-ativação, resultantes dessa capacidade reativa que ocorre em uma escala maior de tempo. Ficando evidente que a mistura desses dois tipos de precursores pode resultar em materiais com alta resistência (XU & VAN DEVENTER, 2002).

Conforme Pacheco-Torgal *et al.* (2015), os precursores são classificados segundo a natureza dos seus componentes cimentícios em duas categorias: precursor com alto teor de cálcio (escória de alto forno), e precursor com baixo teor de cálcio (cinza volante). As principais diferenças se encontram no padrão de ativação, o qual, materiais ricos em cálcio e silício são ativados sob condições alcalinas moderadas. Ao contrário dos materiais pobres em cálcio (compostos principalmente de alumínio e silício), que necessitam de condições agressivas para que as reações iniciem, com maiores concentrações de ativador alcalino e temperaturas de cura elevada.

2.4.2 Ativadores Alcalinos

Os ativadores alcalinos não são encontrados na natureza, são preparados por processos químicos com substâncias tipo alcalino ou alcalino-terroso. Podendo ser divididos em simples (hidróxidos de sódio ou de potássio), e compostos (silicatos de sódio ou de potássio) (SOARES, 2013). Em relação à natureza são classificados mediante sua composição química em (GLUKHOVSKY *et al.*, 1980 *apud* SHI; KRIVENKO; ROY, 2006):

1. Hidróxidos alcalinos (MOH);
2. Sais de ácidos fracos (M_2CO_3 , M_2SO_3 , M_3PO_4 , MF);
3. Silicatos ($M_2O.nSiO_2$);
4. Aluminatos ($M_2O.nAl_2O_3$);
5. Aluminossilicatos ($M_2O.Al_2O_3.SiO_2$);
6. Sais de ácidos fortes (M_2SO_4).

Duxson *et al.* (2007), complementam sobre a classificação, podendo agrupar os ativadores em quatro grupos, sendo eles: hidróxidos alcalinos, silicatos alcalinos, carbonatos alcalinos e sulfatos alcalinos.

O processo de ativação alcalina inicia com a liberação dos compostos predominantes de cada precursor, no caso dos pobres em cálcio, libera-se silício e alumínio, e nos ricos em cálcio, como as escórias de alto forno, são liberados cálcio, silício e alumínio. Para que assim, sejam formadas e estabilizadas uma nova estrutura, sendo necessário um meio fortemente alcalino (CAICEDO, 2020). O principal objetivo dos ativadores é fornecer cátions de metais alcalinos, proporcionando um aumento do pH da mistura, e agilidade na dissolução do precursor sólido.

Dentre todos os ativadores existentes, os mais comumente utilizados, principalmente pela ampla disponibilidade, são o hidróxido de sódio (NaOH), carbonato de sódio (Na_2CO_3), silicato de sódio (Na_2SiO_3), e sulfato de sódio (Na_2SO_4) (TORRES-CARRASCO & PUERTAS, 2017). Pinto (2004), ressalta que os ativadores mais utilizados na álcali-ativação, encontram-se: a base de sódio (Na) e/ou potássio (K). No entanto, Torres-Carrasco & Puertas (2017), salientam que o uso do potássio é mais comumente em laboratórios de estudos, pois suas aplicações seriam limitadas devido ao custo e disponibilidade. Os ativadores podem ser utilizados em forma líquida ou sólida. Sendo preferível no caso da incorporação em cimentos, o precursor e ativador em estado sólido, tendo a água como mistura líquida.

2.4.3 Mecanismos de Reação

Para que ocorra o processo de síntese, correspondente a ativação alcalina dos aluminossilicatos, envolve-se uma sucessão de etapas, que abrangem fenômenos físicos e químicos. Pois através de um meio fortemente alcalino ocorre a quebra da estrutura inicial dos materiais precursores, formando novas estruturas, pelo meio de processos de policondensação e precipitação (CAICEDO, 2020). Conforme expõe Duxson *et al.* (2007), na década de 1950 o autor Victor Glukhovsky

(1959), propôs um mecanismo geral para a ativação de materiais alcalinos (Figura 2.7), com ausência de Ca^{2+} , composto por três etapas:

- I) **Destruição-coagulação:** Na primeira etapa ocorre um processo de desagregação pela quebra das ligações iônicas (Ca-O) e covalentes (Si-O-Si, Al-O-Si e Al-O-Al) dos precursores. Ocorrendo a dissolução de aluminossilicatos através de hidrólise alcalina ocasionando uma solução bem saturada que forma um gel;
- II) **Coagulação-condensação:** nesta etapa a quantidade de produtos desintegrados aumenta, causando maior contato entre eles, formando uma estrutura de coagulação (gel), ou seja, ocorre precipitação do gel e a perda de água;
- III) **Condensação-cristalização:** na etapa final sucede a organização dos produtos de reação em uma estrutura cristalina tridimensional, chamada assim de polimerização.

Esse mecanismo de reação proposto por Glukhovsky, foi ampliado com o acréscimo de conhecimentos sobre a síntese de zeólitas, a fim de explicar o processo de geopolimerização em suas generalidades (DUXSON *et al.*, 2007).

No geral os materiais álcali ativados apresentam diversas estruturas químicas, ocorrendo assim uma denominação em duas categorias distintas, levando em conta o teor de cálcio em sua composição (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015):

- ◆ Sistemas com alto teor de cálcio;
- ◆ Sistemas com baixo teor de cálcio;

Ressaltando que este conteúdo de cálcio na composição de um cimento álcali-ativado, é um dos fatores que determina o grau de polimerização das estruturas de silicato (DUXSON *et al.*, 2007).

Dessa forma, sequentemente as considerações sobre esses sistemas são expostas.

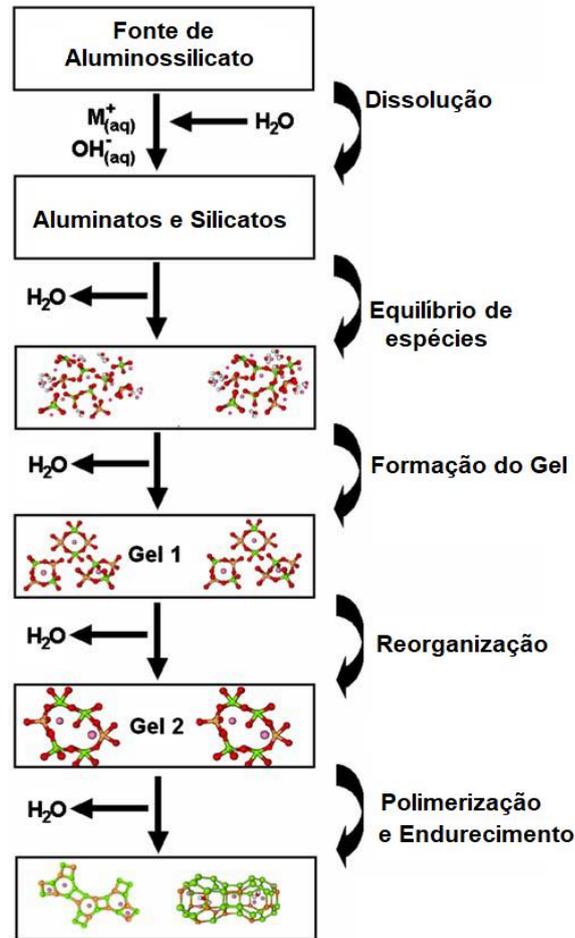


Figura 2.7 – Modelo conceitual para álcali ativação (Adaptado de Duxson *et al.* 2007)

2.4.3.1 Sistemas ricos em cálcio

Os sistemas com alto teor de cálcio são compostos por materiais ricos em cálcio e silício que normalmente necessitam de condições alcalinas moderadas para reagir. Sendo amplamente estudadas com enfoque nas escórias de alto forno, sendo mais escasso estudos com outros precursores deste sistema. (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Torres-Carrasco (2015) menciona que as características das matérias-primas e natureza do ativador alcalino, são responsáveis pela estrutura dos géis que se formam com a ativação da escória. Gartner (2004), complementa que o processo de álcali-ativação desses materiais é complexo e ocorre em estágios, onde a dissolução do precursor é prosseguida com a condensação dos produtos de reação.

O principal produto da reação neste sistema, em consenso com diversos autores da literatura, corresponde ao gel de aluminossilicato de cálcio hidratado, tipo C-A-S-H (alumínio como substituto), com uma estrutura desordenada do tipo C-S-H (I) similar à da tobermorita. Sendo

parecido com o gel gerado na hidratação de um cimento Portland normal (gel C-(A)-S-H), principalmente por corresponderem a materiais com altos teores de cálcio, no entanto o gel alcalino obtém razões menores de Ca/Si, que normalmente variam entre 0,90 -1,20 (WANG; SCRIVENER; PRATT, 1994; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ & PUERTAS, 2003; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO; PUERTAS, 1999). O que diferencia também é a formação de cadeias lineares mais longas, resultantes da presença de Al (alumínio), possibilitando ocasionar ligações intercadeias “reticuladas”, com as ligações de Si-O-Si para formar estruturas semelhantes a planos. Dessa maneira, se forma o gel do tipo C-A-S-H (Figura 2.8a).

2.4.3.2 Sistemas pobres em cálcio

Nestes sistemas com baixo teor de cálcio, encontram-se os precursores ricos em alumínio e silício, que necessitam de uma maior quantidade de ativador alcalino, como também, um tempo e temperatura de cura superior para iniciar as reações (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Visto que, tempos de cura longos originam produtos ricos em sílica, e assim mais resistentes, já o aumento de temperatura acelera a dissolução dos aluminossilicatos, ocasionando em melhor desenvolvimento da microestrutura (PALOMO; GRUTZECKB; BLANCO, 1999). Dentro destes precursores, cita-se exemplos da cinza volante e do metacaulim.

O mecanismo geral de reações alcalinas nesses materiais constitui-se por três fases: (i) destruição-coagulação; (ii) coagulação-condensação e (iii) condensação-cristalização. Já o gel de formação pela reação corresponde ao N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado) ou também dito, K-A-S-H, caracterizado por apresentar estrutura amorfa (GARCÍA-LODEIRO *et al.*, 2015).

Diante disso, pode-se dizer que a principal diferença entre os dois sistemas descritos, se encontra na estrutura dos géis formados. Onde na estrutura do gel C-A-S-H, oriundo dos sistemas de alto teor de cálcio, dois tetraedros de silício compartilham dois átomos de oxigênio com o óxido de cálcio, enquanto um terceiro, tetraedro em ponte, compartilha átomos de oxigênio com os tetraedros emparelhados, como mostra a Figura 2.8a. Já na estrutura do gel N-A-S-H, oriundo dos sistemas de baixo teor de cálcio, ocorre uma distribuição aleatória dos tetraedros de silício e alumínio, de forma tridimensional como pode ser observado na Figura 2.8b (TORRES-CARRASCO, 2015; FERNÁNDEZ-JIMENEZ; GARCIA-LODEIRO; PALOMO, 2015).

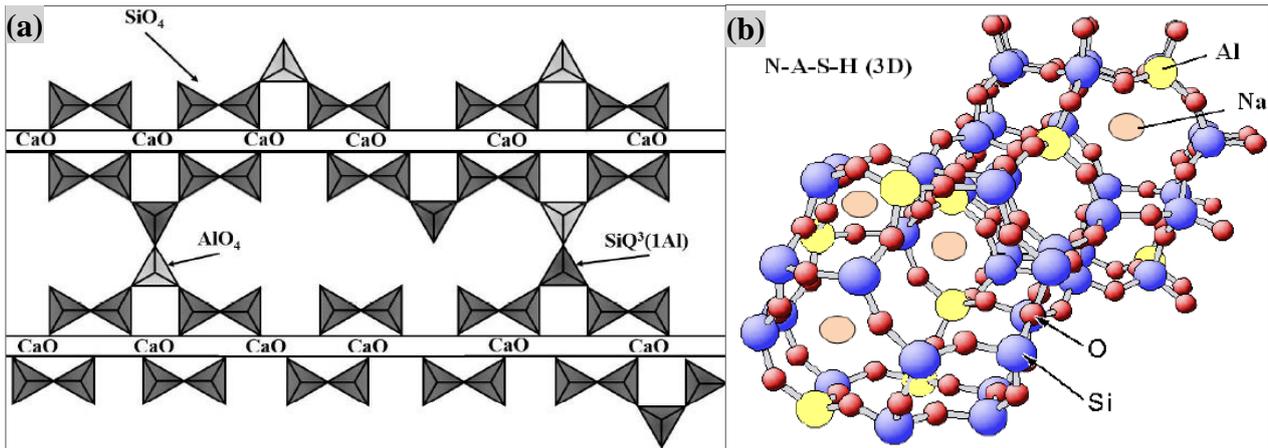


Figura 2.8 – Estrutura do gel formado (a) gel do tipo C-A-S-H (b) gel do tipo N-A-S-H (Adaptado de Provis & van Deventer, 2014)

2.4.4 Ativação alcalina na estabilização de rejeitos de mineração

Como citado no item 2.3.2 diversos materiais alternativos vêm sendo estudados como estabilizadores de solos. E diante disso, a inclusão de rejeitos de mineração surge com grandes potencialidades. Autores como Davidovits (1994) e Van Jaarsveld et al. (2000) comprovaram a possibilidade de estabilização de rejeitos por meio do álcali ativação.

Dentre os estudos realizados com diferentes rejeitos de mineração, substituindo totalmente ou parcialmente os precursores convencionais na ativação alcalina, evidenciam-se: rejeitos de tungstênio (PACHECO-TORGAL; CASTRO-GOMES; JALALI, 2008, 2010); rejeitos de ouro (SANTOS, 2021); rejeitos de bauxita (ALAM; DAS; RAO, 2019; BRUSHI, 2020) e rejeitos de chumbo (OGUNDIRAN; NUGTEREN; WITKAMP, 2013). Ressaltando os estudos realizados com rejeitos de minério de ferro, que são frequentemente pesquisados, citando os mais recentes com uso de álcali ativação, como, Servi (2022) e Jaskulski (2022). Os dois autores analisaram o comportamento mecânico da estabilização desses rejeitos através da ativação alcalina, com uso da junção de cinza de casca de arroz e a cal de carbureto como precursor (SERVI, 2022), e metacaulim como precursor (JASKULSKI, 2022). Além disso, diversos outros estudos podem ser citados, como Sakthivel *et al.*, (2010); BEZERRA *et al.*, (2019); Elói, (2020); Figueiredo *et al.*, (2021); Ferreira *et al.*, (2022).

Com as pesquisas mencionadas, assegura-se a potencialidade da aplicação do processo de álcali ativação na estabilização e utilização de rejeitos de mineração. Ainda assim, existe uma grande lacuna de conhecimento em relação à álcali ativação com utilização integral de rejeito de mineração como matéria prima, a qual esta pesquisa vem a contribuir.

3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Esta seção discorre sobre os materiais utilizados na pesquisa, os procedimentos experimentais e normativas seguidas para a realização dos ensaios laboratoriais, como também, e as variáveis investigadas para execução destes experimentos.

3.1 VARIÁVEIS INVESTIGADAS

De acordo com Glavan *et al.* (2019), um experimento prevê o resultado inserindo uma alteração das pré-condições, que consistem em uma ou mais variáveis independentes (variáveis de entrada). Montgomery (2017) complementa, que com o projeto experimental se identifica as variáveis de controle que precisam ser mantidas constantes, a fim de evitar a influência de fatores externos nos resultados, que correspondem as variáveis dependentes (variáveis de saída ou resposta). As variáveis independentes se dividem em constantes e controláveis, e estas podem causar efeito nas variáveis dependentes, que correspondem a resposta do experimento. Na Tabela 3.1 são apresentadas as variáveis fixadas para este estudo.

Tabela 3.1 – Variáveis independentes fixadas

VARIÁVEIS INDEPENDENTES	NÍVEIS
Variáveis Constantes	
Teor de umidade	15%
Ativador alcalino	$\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{NaOH}$
Agentes estabilizadores	EA ¹
Tempo de cura	7 e 28 dias
Temperatura de Cura	23°C
Variáveis Controláveis	NÍVEIS
Peso específico aparente seco	18, 19 e 20 kN/m ³
Relação RMF/LAA ²	$\frac{95}{5}$, $\frac{92,5}{7,5}$ e $\frac{90}{10}$
Razões molares: Si/Al + Na/Si	4,616 + 0,307

¹ Escória de Alto Forno

² Rejeito de Minério de Ferro / Ligante Álcali Ativado

Para esta pesquisa, primeiramente na etapa de otimização foi encontrado o valor ideal das razões molares, considerando a maximização da resposta mecânica obtida no ensaio de resistência à compressão simples. Nesta etapa as variáveis controladas foram: (i) peso específico aparente seco: 19 kN/m³; (ii) relação RMF/LAA: 90/10; (iv) tempo de cura: 7 dias; (v) temperatura de cura: 23°C;

(vi) teor de umidade: 15%; e as razões molares foram variadas a fim de encontrar a relação ideal de precursor e ativador alcalino. Para a etapa seletiva, realizada posteriormente, todas as variáveis apresentadas na Tabela 3.1 correspondem aos dados adotados nesta fase. Obtendo como variável dependente (resposta) nesta fase, a resistência à compressão simples.

Tendo como base todo referencial teórico foi possível definir quais as variáveis iniciais deste estudo. Para a variável de teor de umidade, adotou-se a umidade ótima (15%) proveniente da curva de compactação na energia normal realizada somente com o rejeito de minério de ferro, material base do estudo (*vide* Figura 3.5). A energia normal foi escolhida por obter menor grau de compactação, e conseqüentemente, menor peso específico aparente seco, necessário para a realização dos ensaios laboratoriais por limitações dos equipamentos. Dessa forma, adotou-se a variação do peso específico entre o valor máximo de 20 kN/m³ que obteve a umidade ótima, e dois valores inferiores, de 19 kN/m³ e 18 kN/m³.

Os tempos de cura foram segmentados em 7 e 28 dias, a fim de verificar o ganho inicial e gradativo de resistência nas misturas. Conforme Palomo; Grutzeckb; Blanco (1999), o processo de álcali-ativação, proporciona geralmente características cimentícias melhores em questão de resistência mecânica quando comparada as reações pozolânicas. Visto que, a ativação alcalina promove um ganho de resistência inicial em curtos períodos de tempo, já nas pozolânicas este ganho é normalmente lento dependendo do aglomerante aplicado, necessitando de longos períodos de cura para avaliar a cimentação. Por este fato, nesta pesquisa adotou-se o cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI), o qual apresenta ganhos em curtos períodos de tempo, assim como os cimentos alcalinos. Já que, o intuito do uso do cimento convencional no estudo consiste em panoramas comparativos e de controle.

Referente a temperatura de cura, diversas pesquisas vêm sendo realizadas, analisando a influência da temperatura em um ligante álcali-ativado (KUA *et al.*, 2016; ALAM; DAS; RAO, 2019; SHEKHAWAT; SHARMA; SINGH, 2019; CAICEDO, 2020). Visto que, a variação da temperatura apresentou influência na aceleração das reações em diversos estudos, assim, optou-se por fixar a temperatura em 23°C, de modo a representar a temperatura ambiente e evitar influência da mesma nos resultados.

A determinação das relações RMF/LAA teve como base o estado da arte de rejeitos de mineração, considerando a estabilização química e ou ativação alcalina nesses materiais (DUXSON *et al.*, 2007; ARISTIMUNHO & BERTOCINI, 2012; SHETTIMA *et al.*, 2016; CARNEIRO, 2020; ELÓI, 2020; CECHIN, 2021; CONSOLI, *et al.* 2022). Existe uma lacuna em estudos da escória

de alto forno como precursora de materiais geotécnicos, encontrando-se uma gama de estudos deste agente estabilizador em materiais cimentícios da construção civil. Os quais demonstram que adições maiores que 10% de ligante álcali-ativado proporcionam ganhos de resistência crescentes com as porcentagens. Já nos estudos em materiais geotécnicos, os valores acima de 10% de LAA, proporcionam ganhos muito pequenos ou até mesmo decréscimo da resistência (SANT'ANA, 2003; VELTEN *et al.*, 2006). Ligado a isto, teste preliminares com diferentes porcentagens de LAA demonstraram que valores abaixo de 5% são irrelevantes em ganhos de resistência, por este fato, adotou-se as adições de 5%, 7,5% e 10% de ligante álcali-ativado como estabilizante do rejeito de minério de ferro. Ficando fixado uma variação de 2,5% para manter uma uniformidade.

A escolha dos ativadores alcalinos, baseou-se em estudos de álcali-ativação nas escórias de alto forno, os quais demonstram grande efetividade da mistura de dois ativadores, como silicato de sódio (Na_2SiO_2) e hidróxido de sódio (NaOH) para adição neste precursor (WANG; SCRIVENER; PRATT, 1994; PUERTAS, 1995; YAZICI, 2004; SITHOLE & MASHIFANA, 2020). Proporcionando um maior controle dos tempos de cura e variações de ganhos de resistência mais significativos em curtos períodos de tempo. Conforme Fernández-Jimenez; Garcia-Lodeiro; Palomo (2015), as porcentagens de silicato de sódio e hidróxido de sódio ideais variam de 3 a 6% de Na_2O por peso de escória. Dessa forma, a etapa de otimização definiu a dosificação ideal entre o precursor e os ativadores que compõem o cimento alcalino, que maximizassem a resistência mecânica, analisada através dos ensaios de resistência à compressão simples. Estes resultados foram analisados através de um *Software*, usando a metodologia estatística de análise de variância (ANOVA). Adotando-se para a etapa posterior (etapa seletiva) da pesquisa, as razões molares de $\text{Si}/\text{Al} = 4,616$ e $\text{Na}/\text{Si} = 0,307$, que corresponde as concentrações de álcalis 0,07% de Na_2SiO_2 e 0,11% de NaOH .

Destaca-se que com a escolha destas variáveis independentes, é possível ter maior controle de que fatores externos não vão influenciar nos resultados das variáveis dependentes, que para estas etapas corresponde ao valor de Resistência à compressão simples (q_u).

Para os ensaios triaxiais que correspondem a etapa concludente do estudo, também foram fixadas variáveis independentes, a fim de obter as variáveis dependentes sem influência de fatores externos e alterativos. As variáveis independentes foram: (i) peso específico aparente seco: 19 kN/m^3 ; (ii) relação RMF/LAA: 95/5; (iii) dosagem ótima de CAA (razões molares de $\text{Si}/\text{Al} = 4,616$ e $\text{Na}/\text{Si} = 0,307$); (iv) tempo de cura: 7 dias; (v) temperatura de cura: 23°C ; (vi) teor de umidade: 15%; (vii) tensões de confinamento: 50kPa e 200kPa; (viii) velocidade de cisalhamento: 1,5mm/h. As variáveis dependentes obtidas foram: (i) força axial; (ii) deslocamento axial (sensores de efeito

hall); (iii) variação volumétrica; (iv) deslocamento axial da câmara triaxial (LVDT externo) durante cisalhamento.

Para etapa complementar adotaram-se também variáveis fixadas e independentes como: (i) peso específico aparente seco: 19 kN/m³; (ii) relação RMF/LAA: 70/30; (iii) dosagem ótima de CAA (razões molares de Si/Al = 4,616 e Na/Si = 0,307); (iv) tempo de cura: 7 dias; (v) temperatura de cura inicial: 23°C; (vi) teor de umidade: 15%. Da mesma forma, as variáveis dependentes correspondem (i) comportamento microestrutural; (ii) presença de minerais. Ressalta-se que a relação de RMF/AA foi adotada com 30% de LAA, com intuito de visualizar em maiores proporções a ocorrência das reações obtidas.

3.2 METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA (MSR)

Gomes (2010) destaca quatro metodologias utilizadas para realizar um projeto de experimentos, que são: Arranjos de Taguchi, Planejamento Fatorial Completo, Planejamento Fatorial Fracionado, e a Metodologia de Superfície de Resposta. Conforme RIBEIRO & CATEN, (2011) essas metodologias citadas por Gomes, tem o intuito de otimizar um sistema de experimentos, empregando conceitos estatísticos. Os autores complementam que o objetivo principal da otimização de um sistema é maximizar o resultado e minimizar custos, além de, tornar o desempenho do sistema pouco sensível ao efeito dos fatores de ruído. Nesta pesquisa a Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) foi adotada para o projeto de experimentos.

De acordo com Montgomery (2012), a MSR objetiva otimizar a resposta de interesse, considerando que esta é influenciada por diversas variáveis, necessitando assim modelar e analisar através dos métodos estatísticos e matemáticos. Normalmente, com esta metodologia se verifica a relação existente entre as variáveis controláveis (independentes) com as variáveis resposta (dependentes) do projeto em estudo. Obtendo assim as variáveis de resposta em formas gráficas que apresentam o comportamento desta resposta diante dos fatores analisados, permitindo verificar quais das variáveis afetam no sistema (RODRIGUES & LEMMA, 2005). Basicamente pode-se dizer que a MSR orienta um caminho de partida (ponto atual) em direção do ponto ótimo, ou caminho de melhoria, que é ilustrado na Figura 3.1.

Para modelar e ajustar a MSR, devem ser adotados projetos de modelagem, como modelo de primeira ordem (lineares) e modelo de segunda ordem (quadráticos). Levando em consideração a presença de comportamento linear ou curvilíneo, primeiramente com base num projeto fatorial 2k

e seguidamente com ajustes quadráticos. Dessa forma, neste estudo utilizou-se o Projeto Composto de Segunda Ordem (PCSO) para modelagem da superfície, tendo como base estudos como de RIVERA *et al.*, 2016.

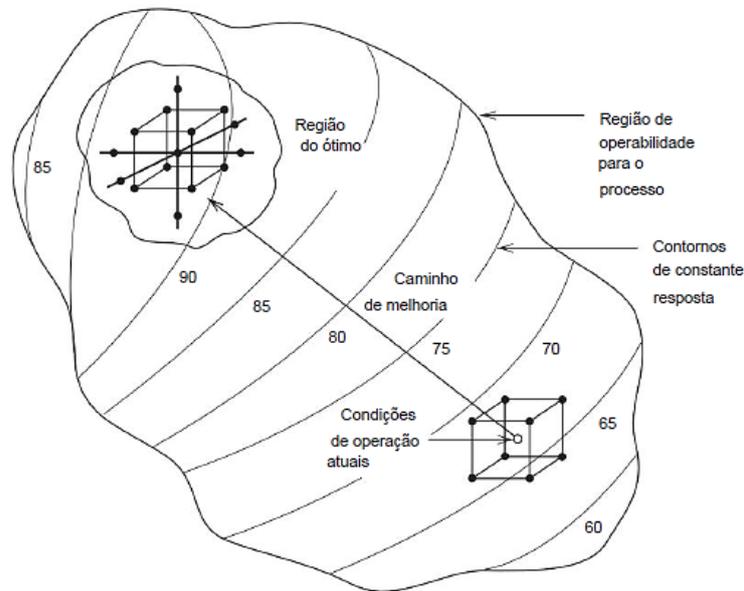


Figura 3.1 – Caminho sequencial da MSR (Adaptado de MONTGOMERY, 2012)

3.2.1 Projeto Composto de Segunda Ordem (PCSO)

Conforme RIBEIRO & CATEN (2011), esse projeto consiste na junção de um experimento $2k$, mais uma estrela, mais pontos centrais, derivando assim o nome de projeto composto. Sendo que, os pontos fatoriais ($2k$) permitem a estimativa de termos lineares e interações, já os pontos da estrela, permitem a estimativa de efeitos quadráticos puros. Os autores comentam que o PCSO se constitui em três segmentos: (i) o segmento fatorial, $2k$ vértices de um cubo k dimensional com coordenadas $(\pm 1, \pm 1, \dots, \pm 1)$; (ii) o segmento em estrela, $2k$ vértices com coordenadas $(0, \dots, \pm\alpha, \dots, 0)$; (iii) o segmento central, de n_0 pontos centrais, com coordenadas $(0, 0, \dots)$.

Dessa forma, nesta pesquisa a construção do PCSO, partiu de um modelo fatorial completo de dois fatores (2^2), com a análise das duas variáveis de resposta nos vértices do cubo (Si/Al e Na/Si), que se formam pelos níveis, tanto alto como baixo, das variáveis controláveis do projeto de experimento. Sendo assim, foram realizados quatro pontos fatoriais nos vértices do cubo, e quatro pontos axiais (que formam uma estrela), e são localizados nas faces a uma distância constante ($\alpha f = 1$) do ponto central. Ressaltando que foram executadas três réplicas dos pontos citados. Para o ponto central, de acordo com recomendações de Montgomery (2012), foram adotadas seis réplicas

($no = 6$), pois favorece uma análise mais detalhada dos fatores, obtendo graus de liberdade adicionais para desenvolver a análise de variância de todos os termos dentro do experimento. Resultando assim, em um projeto com um total de 30 análises experimentais para a variável resposta analisada, conforme esquematiza a Figura 3.2.

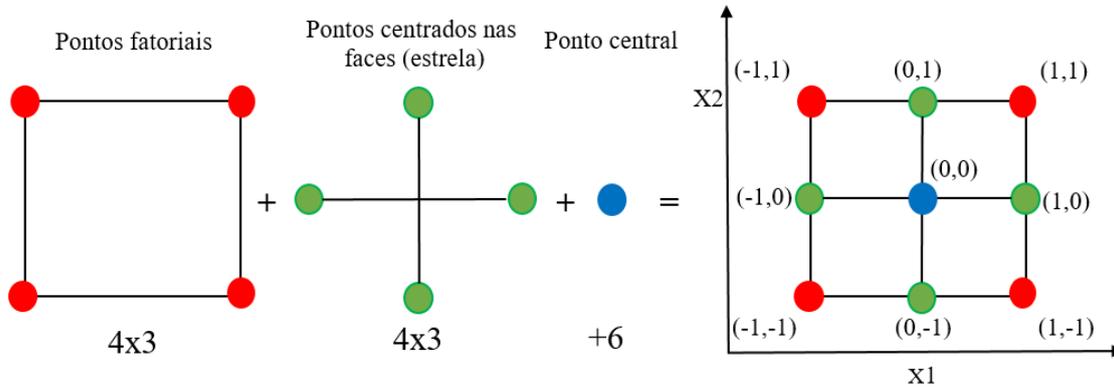


Figura 3.2 – Projeto Composto de segunda Ordem com 30 análises experimentais (Adaptado de RIBEIRO & CATEN, 2011 *apud* JASKULSKI, pg. 61, 2022)

3.3 MÉTODOS

Considerando o objetivo geral desta pesquisa, esta pode ser classificada acerca da tipologia de abordagem, natureza, objetivos e procedimentos. Correspondendo a uma abordagem quantitativa, de natureza aplicada, com objetivos explanatórios e procedimentos experimentais. Referente ao programa experimental o estudo foi dividido em cinco etapas de ensaios, sendo elas: caracterização dos materiais, otimização do cimento alcalino, etapa seletiva, concludente e complementar. Conforme esquematiza a Tabela 3.2.

A primeira etapa de ensaios, corresponde a caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, avaliando características físicas, químicas e mineralógicas do rejeito de minério de ferro (RMF), e da escória de alto forno (EAF). Para os ativadores alcalinos e cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI), foram consideradas as características fornecidas pelo fabricante. Sendo realizados complementarmente ensaios mineralógicos no CPV-ARI. Já os ensaios de limites de consistência e compactação foram executados somente para o rejeito, como também, os ensaios de granulometria e composição química que foram executados somente para o RMF e EAF.

Tabela 3.2 – Programa experimental

Etapas	Materiais utilizados	Ensaio Laboratorial
1. Caracterização dos materiais	Rejeito de Minério de Ferro (RMF) Escória de Alto Forno (EAF)	Limites de consistência Compactação
		Análise granulométrica Massa específica real dos grãos Espectrometria de Florescência de raios-X Difratometria de raios-X
2. Otimização	RMF + Ligante Álcali-ativado	Resistência à Compressão simples
3. Seletiva	RMF + Ligante Álcali-ativado RMF + CPV-ARI	Resistência à Compressão simples
4. Concludente	RMF + Ligante Álcali-ativado	Triaxial Consol. Isotrópic. Drenado (CID)
5. Complementar	RMF + Ligante Álcali-ativado RMF + CPV-ARI	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) Análise de energia dispersiva (EDS) Difratometria de raios-X

A segunda etapa, consiste na realização de ensaios de resistência à compressão simples, a fim encontrar uma maximização da resposta mecânica através de variações de dosificação no ligante alcalino. Com objetivo de obter uma relação ideal entre as razões molares de Si/Al (sílico-aluminatos) e Na/Si (sódio-silicatos) considerando as composições destes elementos no precursor e ativadores alcalinos. Ou seja, foi executada uma otimização do ligante álcali ativado, que consistiu nas variações das razões molares, e conseqüentemente as quantidades entre precursor e ativadores, dentro de uma porcentagem fixada de 10% CAA adicionado ao rejeito. Assim através de um *Software* estatístico, usando a metodologia de superfície de resposta (MSR) e análise de variância (ANOVA), foram obtidas as razões molares ideais que potencializaram o comportamento mecânico das misturas.

Na terceira etapa também foram realizados ensaios de resistência à compressão simples, agora com a relação ideal de dosificação de precursor e ativadores alcalinos definida. Sendo consideradas variações de peso específico aparente seco, das porcentagens adicionadas de cimento álcali ativado ao rejeito de minério de ferro, e variações do tempo de cura. Com intuito de analisar a resposta mecânica através dos ensaios citados, e verificar assim, a influência destas variáveis nessa resposta. Além de analisar as correlações com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante (η/Biv), verificando a viabilidade da relação com a resistência à compressão simples.

A quarta etapa consistiu na análise do comportamento da mistura de rejeito de minério de ferro e cimento álcali ativado por intermédio de ensaios triaxiais consolidados isotropicamente drenados (CID), com as tensões de confinamento de 50kPa e 200kPa. Obtendo os parâmetros de resistência e analisando o comportamento tensão-deformação, e deformações volumétricas e axiais. Na última etapa foi realizado complementarmente, análise microestrutural e mineralógica de misturas de RMF com CAA, e também com CPV-ARI. Com objetivo de analisar e comparar as reações e minerais gerados com os cimentantes, e também, verificar a influência da cura térmica nessas misturas.

Vale ressaltar, que as misturas de RMF com CPV-ARI, consistem em um panorama comparativo e de controle com o comportamento mecânico das misturas álcali-ativadas. Principalmente pelo cimento Portland corresponder a um material muito utilizado convencionalmente, e também por oferecer um grande controle tecnológico em sua produção. Sendo realizadas análises na etapa seletiva e etapa concludente, considerando assim, as mesmas condições de peso específico aparente máximo, porcentagens de cimento adicionado e tempo de cura que as misturas álcali-ativadas. Todos os ensaios apresentados na Tabela 3.2 seguem os procedimentos e normativas estabelecidas pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) e American Society for Testing and Materials (ASTM). Deste modo, as subseções posteriores objetivam esclarecer os métodos referentes ao programa experimental utilizado.

3.3.1 Análise Granulométrica

A distribuição granulométrica do rejeito e escória seguiu a NBR 7181 (ABNT, 2018a). Para os materiais foi feita a sedimentação, com e sem o uso de defloculante, a fim de, garantir que os resultados sejam confiáveis. Já que, pode ocorrer uma subestimação das parcelas finas do material, resultante da interação química entre o defloculante utilizado e as partículas do material, gerando uma aglutinação das mesmas (SENFT, MASALA; NIK, 2011; JEDARI *et al.*, 2017).

O rejeito consiste em um material fino, não apresentando partículas retidas na peneira 2,0 mm (n°10), assim como a escória que foi moída para o estudo. Caicedo (2020), ressalta que a dimensão dos grãos equivale a um dos principais fatores determinantes da reatividade dos materiais de partida, desempenhando grande relevância na síntese de materiais ativados por álcali.

3.3.2 Massa Específica Real dos Grãos

O procedimento para determinação de massa específica real dos grãos do rejeito de minério de ferro e da escória de alto forno, foram realizados seguindo as especificações da NBR 6458 - (ABNT,

2017a). Os demais materiais utilizados forneciam esta característica, já que são materiais adquiridos de empresas.

3.3.3 Limites de Consistência

Os ensaios de limites de consistência seguiram as normativas e procedimentos, para o limite de liquidez, NBR 6459 (ABNT, 2017b), e limite de plasticidade, NBR 7180 (ABNT, 2016b), sendo realizados somente para o rejeito.

3.3.4 Espectrometria de Fluorescência de Raios X (FRX)

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) foi realizada por meio da análise semi quantitativa utilizando pacote Omnia, com equipamento Epsilon 1, da marca Panalytical. Realizado para o rejeito, no Instituto Tecnológico de Micropaleontologia (itt Fossil) da Universidade do Vale do Rio dos Sinos – UNISINOS em São Leopoldo – RS. Já para a escória de alto forno, a análise de FRX foi pelo método Equinox-Oxides, com equipamento S2 - Ranger – Bruker, pois foi realizado no Centro Tecnológico de Pedras, Gemas e Joias do Rio Grande do Sul (CT-Pedras/UPF) da Universidade de Passo Fundo – RS.

O ensaio consiste na irradiação da amostra por um feixe de raios X, que pode deslocar um elétron das camadas mais internas do átomo. Assim, o elétron ausente que se desloca é trocado por outro elétron que ultrapassa uma das camadas mais externas, liberando energia na forma de raios-X fluorescentes, os quais, são difundidos em comprimentos de onda característicos de cada elemento. Permitindo através desta análise de radiação fluorescente, identificar o elemento químico que a origina, estabelecendo as porcentagens destes elementos por meio de uma curva de calibração adequada (análise quantitativa), com a medição da intensidade de cada radiação (CAICEDO, 2020).

3.3.5 Difratometria de Raios X (DRX)

Este ensaio permite identificar as diferentes fases cristalizadas presentes em quantidade significativa. Se fundamentando na interação de um feixe monocromático de raios-X com a amostra em diversos ângulos de incidência. A identificação dos minerais presentes no material, é analisado pelo espectro de difração de raios-X de uma substância cristalina, o qual, é único e caracteriza-se pela posição e intensidade dos picos observados no ensaio (CULLITY & STOCK, 2014).

A caracterização mineralógica dos materiais foi realizada através do ensaio de difração de raios-X (DRX), realizada em um difratômetro de raios X marca Siemens (BRUKER AXS), modelo D-5000 (θ - 2θ) equipado com tubo de ânodo fixo de Cu ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 30 mA no feixe primário e monocromador curvado de grafite no feixe secundário. As amostras em pó foram analisadas no intervalo angular de 3 a $80^\circ 2\theta$ em passo de $0.05^\circ/1s$ utilizando-se fendas de divergência e anti-espalhamento de 1° e 0.6 mm no detector. Realizado no Laboratório de Difractometria de Raios X (IGEO) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, em Porto Alegre – RS.

3.3.6 Compactação

O ensaio de compactação reproduz o proposto segundo a norma NBR 7182 (ABNT, 2020). Este ensaio busca a verificação da umidade ótima e o peso específico aparente seco máximo do material analisado para as energias de compactação normal, intermediária e modificada.

3.3.7 Resistência à Compressão Simples (RCS)

Os ensaios de compressão simples seguem os procedimentos descritos conforme a NBR 12025 (ABNT, 2012), que prescreve para misturas de solo-cimento, que correspondem a materiais comparáveis aos utilizados neste estudo. De forma a compatibilizar os dados destes ensaios com outros estudos da literatura (CONSOLI *et al.*, 2013, 2019, 2022; RUYER, 2011; SERVI, 2022), e diferentemente do que é estabelecido pela normativa citada, as dimensões dos corpos de prova ensaiados são de 50mm de diâmetro e 100mm de altura. Através deste ensaio é medida a resistência aos esforços de compressão, que são suportados pela superfície do corpo de prova quando aplicada uma força axial em direção do interior do corpo de prova.

Primeiramente foram moldados os corpos de prova com o mesmo processo para todas as amostras, iniciando-se pela pesagem dos materiais conforme as dosificações de cada constituinte da mistura (Figura 3.3a). Seguidamente mistura-se todos os materiais da amostra em estado sólido, neste caso, como o hidróxido de sódio era constituído por micropérolas, as mesmas eram amassadas junto com outros constituintes da amostra (Figura 3.3b). Após adiciona-se água e mistura-se bem até boa homogeneidade (Figura 3.3c), considerando um período curto de tempo, pois as reações utilizando silicato e hidróxido de sódio ocorrem rapidamente (WANG; SCRIVENER; PRATT, 1994). Respeitando isso as moldagens foram realizadas de forma rápida, levando em cerca de 15 minutos.

Com a mistura homogênea foram separadas três porções pequenas dessa mistura para verificação do teor de umidade (Figura 3.3d) e levadas para estufa, em seguida, três amostras foram pesadas para constituir as camadas compactadas do corpo de prova. Tanto a moldagem como a posterior rompimento das amostras curadas, utilizaram-se uma Prensa Elétrica de CBR, com capacidade de 4 toneladas, moldadas em um cilindro tripartido (Figura 3.3e). Assim amostra foi compactada estaticamente em três camadas, e posteriormente foi feita a extração do corpo de prova com auxílio de um macaco hidráulico (Figura 3.3f).



Figura 3.3 – Etapas de moldagem para o ensaio (a) pesagem materiais (b) mistura do hidróxido (c) após colocar água (d) amostras para umidade (e) moldagem (f) extração do CP

Após extrusão do corpo de prova, o mesmo foi pesado (Figura 3.4a) e medido (Figura 3.4b), com precisão de cerca de 0,1 mm e 0,01 g, e envolto em filme plástico, a fim de evitar a perda de umidade e eliminar qualquer possibilidade de troca de água com o ambiente, e devidamente identificados (Figura 3.4c). Seguidamente foram levados um local fechado, e curados com uma temperatura de $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e a umidade relativa do ar em torno de 95%.

A fim de evitar efeitos de sucção (CONSOLI *et al.* 2007, 2011), antes de serem rompidos com os determinados dias de cura, os corpos de prova foram submersos em um recipiente com água, 24

horas antes do período de cura se completar, e mantendo a mesma temperatura controlada (Figura 3.4d).

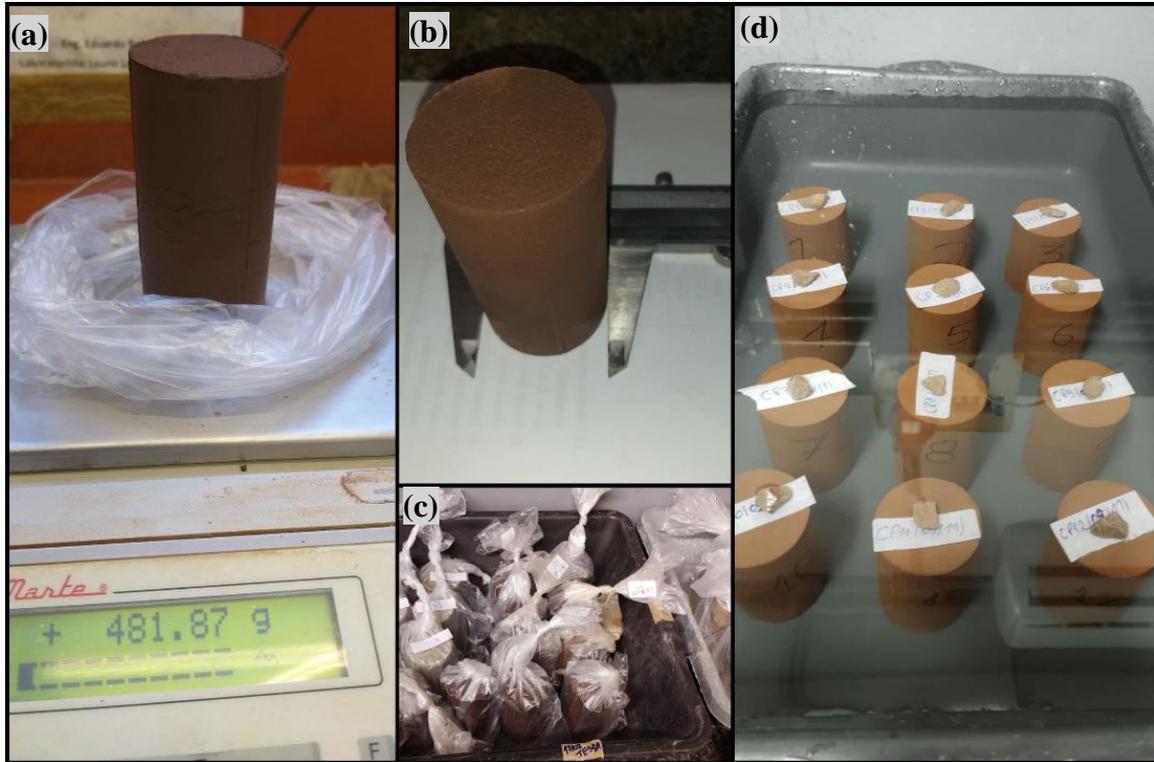


Figura 3.4 – Etapas do processo de cura da amostra (a) pesagem do CP (b) medição do CP (c) identificação e local de cura (d) imersão antes da cura final.

Ao completar o tempo de cura, foram retiradas da imersão em água e submetidas a compressão simples na mesma presa de moldagem (Figura 3.5a) citada anteriormente. Após rompimento (Figura 3.5b) as amostras em geral (Figura 3.5c) formaram um plano de ruptura definido (Figura 3.5d).

Para as moldagens de compressão simples foram realizadas triplicatas, a fim de maior confiabilidade nos valores. Sendo que o critério de aceitação adotado entre estas, consistiu que a resistência individual não deveria desviar mais que 10% da resistência à compressão média das triplicatas. Assim como, considerou-se também como amostras adequadas em relação ao processo de moldagem, quando: peso específico aparente seco $\pm 1\%$ do valor referência, umidade dentro de $\pm 0,5\%$ do valor referência e dimensões (altura e diâmetro) dentro de $\pm 1\%$ do valor de referência.

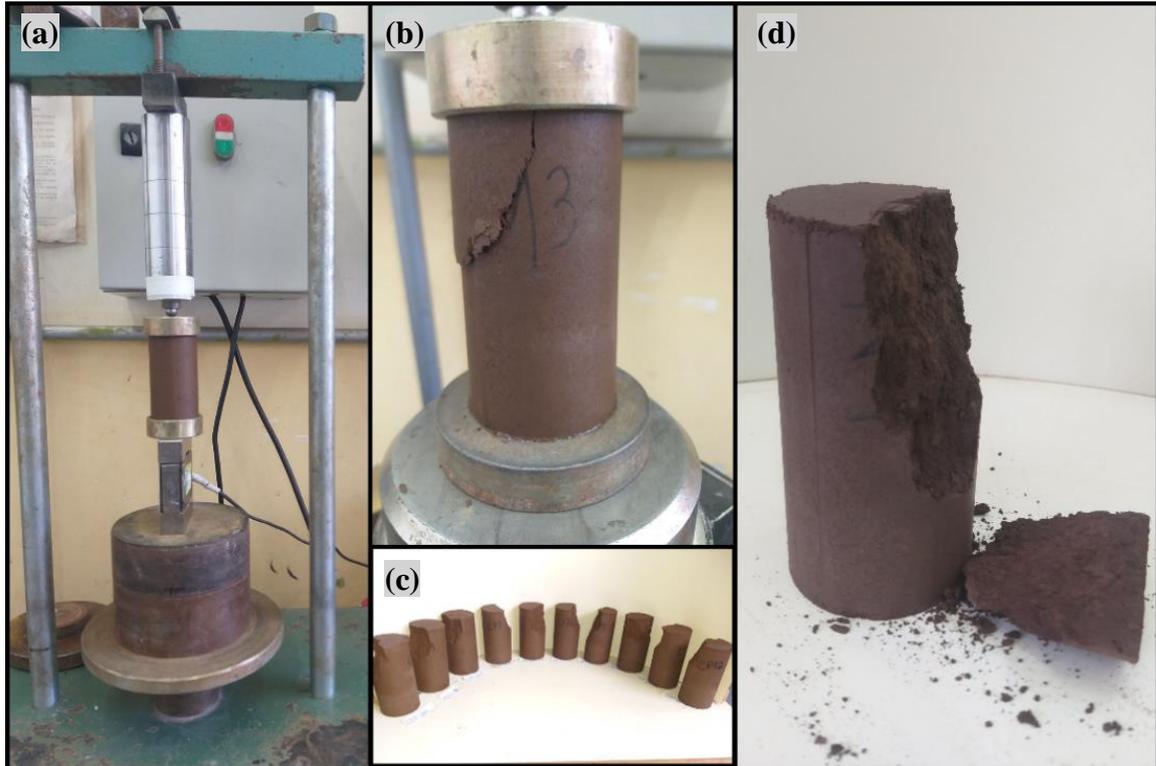


Figura 3.5 – Etapas do ensaio de compressão simples (a) início do rompimento do CP (b) rompimento da amostra (c) amostras após ensaio (d) amostra ensaiada.

3.3.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise de Energia Dispersiva (EDS)

Este ensaio permite analisar a microestrutura do material, permitindo visualizar os produtos de reação das ligações cimentícias geradas. Conforme Caicedo (2020), a técnica MEV permite a observação da superfície analisada em escala manométrica, pois produz imagens de alta ampliação e resolução, utilizando a varredura da superfície do material com feixe de elétrons irradiados. Complementarmente a esta técnica, geralmente se executa uma análise de Energia Dispersiva (EDS), que se baseia em um detector de raios-x característico, que emite linhas típicas que correspondem a cada elemento da tabela periódica. Podendo assim, determinar os elementos presentes no material por análise específica ou mapeamento composicional total da amostra, através da identificação de cada pico formada e intensidade (CAICEDO, 2020). O ensaio foi realizado pelo Núcleo de Tecnologia Mecânica - FEAR/UPF da Universidade de Passo Fundo – RS.

3.3.9 Triaxial Drenado

Os ensaios triaxiais consolidados isotropicamente drenados (CID), foram executados conforme a ASTM - D7181/2020 (Consolidated Drained Triaxial Compression Test for Soils).

Segundo institui a normativa, “este método prevê o cálculo das tensões principais e compressão axial pela medição da carga axial, deformação axial e alterações volumétricas”. Neste ensaio as amostras são consolidadas e cisalhadas em compressão com drenagem a uma taxa constante de deformação axial.

O equipamento utilizado (Figura 3.6) consiste em uma prensa triaxial do tipo Bishop-Wesley (BISHOP & WESLEY, 1975). Que se encontra no Laboratório de Geotecnia (LABGEO), da Universidade de Passo fundo/RS, onde foram realizados os ensaios. Os corpos de prova foram moldados da mesma forma que descreve a moldagem do ensaio de compressão simples (*vide* item 3.2.7), sendo também executadas triplicatas para garantir a possibilidade de repetição do ensaio caso fosse necessário.

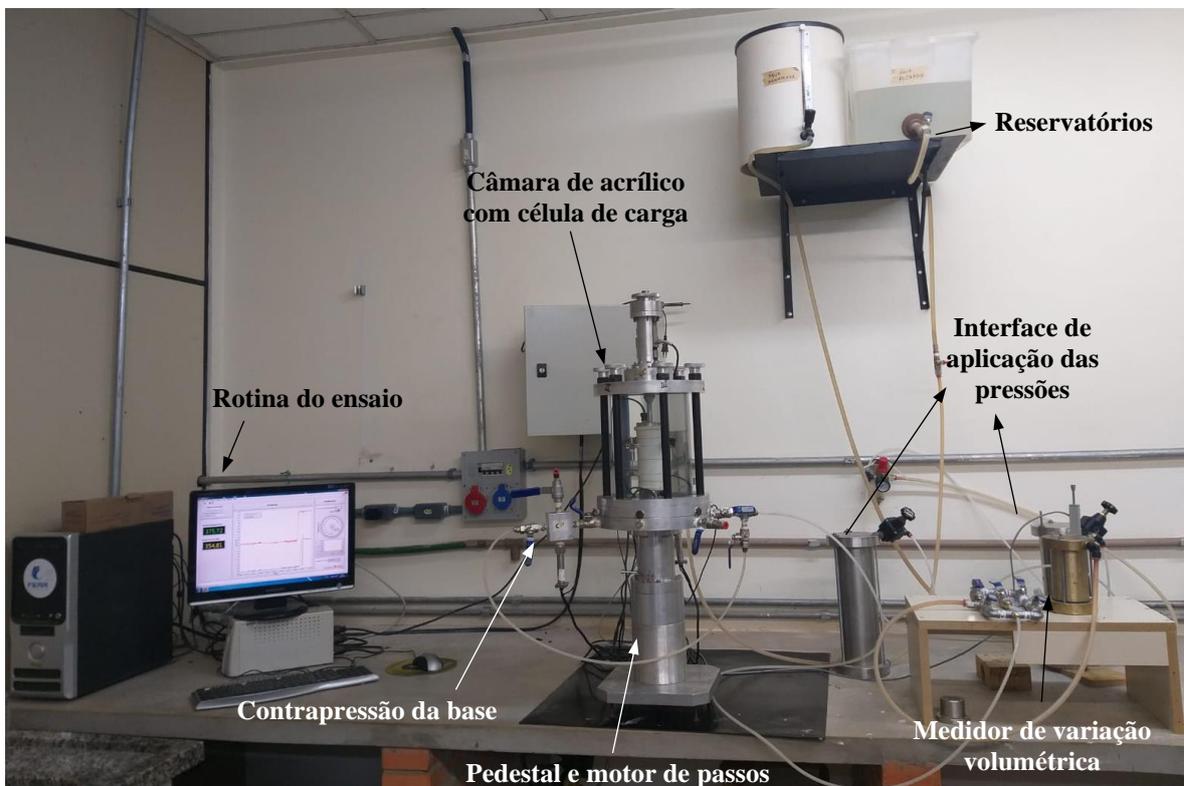


Figura 3.6 – Equipamento triaxial utilizado.

A execução do ensaio triaxial drenado considera a geração de pressão neutra durante o cisalhamento praticamente nula, já que, a drenagem ocorre livremente no corpo de prova, sendo possível medir a variação de volume através do medidor externo do tipo *Imperial College* (Figura 3.7a). O corpo de prova ensaiado na câmara triaxial, manteve as mesmas dimensões dos ensaios de compressão simples, com 50 mm de diâmetro por 100 mm de altura, conforme a ASTM - D7181 – 20, e foi envolto com uma membrana de látex. Esta membrana foi colocada com auxílio de um molde de PVC e dos anéis de vedação (*o-rings*) (Figura 3.7c), que protegem a amostra e impedem o contato direto da mesma com fluído confinante. Nessa membrana foi demarcada a posição dos transdutores de deslocamento interno, que medem as deformações iniciais do corpo de prova (Figura 3.7d).

As principais etapas do ensaio se dividem em: percolação, saturação, consolidação e cisalhamento. Destacando para os seguintes procedimentos adotados:

- ◆ A etapa de percolação teve duração pelo tempo necessário para que ocorresse a percolação de água, de duas vezes o volume de vazios da amostra que correspondia a aproximadamente 110ml (Figura 3.7b);
- ◆ Durante as fases de percolação e saturação (contrapressão) manteve-se uma tensão efetiva igual a 20 kPa;
- ◆ Para a etapa de saturação por contrapressão a duração dependeu de atingir a máxima saturação para o corpo de prova. Que foi verificada pelo grau de saturação, com o cálculo do parâmetro B, que alcançou nas amostras ensaiadas o valor de 0,70;
- ◆ Taxa do cisalhamento de 1,5 mm/h;

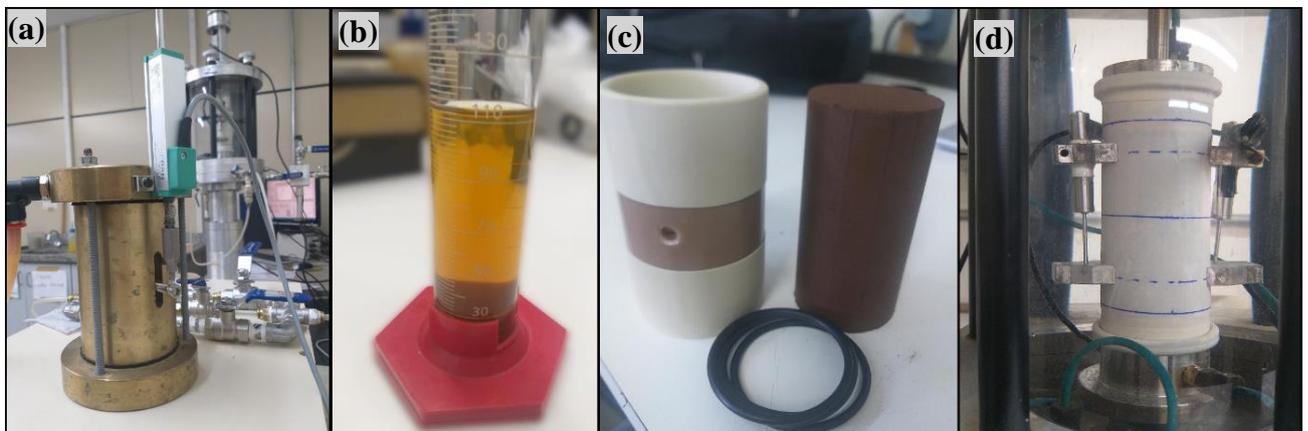


Figura 3.7 – Ensaio triaxial realizado (a) medidor de variação volumétrica (b) água percolada durante um ensaio (c) colocação da membrana no CP (d) amostra sendo ensaiada.

Ressalta-se que a fase de saturação ocorreu através de duas fases, primeiramente a percolação e posterior contrapressão. Sendo o intuito principal da saturação dissolver as bolhas de ar presentes na amostra e nas linhas de drenagem do equipamento (HEAD, 1998). Com a contrapressão foram aplicados incrementos de contrapressão e pressão confinante, mantendo uma tensão efetiva constante, com objetivo de saturar a amostra e representar a pior condição do material, permitindo também medir as deformações volumétricas com mais precisão. Como citado anteriormente, a medição do grau de saturação ocorreu pelo parâmetro B (SKEMPTON, 1954), que considera a medição da tensão pelos transdutores de pressão, que fornecem a tensão aplicada internamente ao corpo de prova. Os valores obtidos nas amostras deste estudo, se mostraram satisfatórios, já que, conforme Prietto (1996), o parâmetro B diminui linearmente com o aumento da cimentação, obtendo valores entre 0,70 e 0,85 em uma saturação completa para solos cimentados com 3 a 5%. Com isso, como o teor de cimento álcali ativado nestas amostras ensaiadas no triaxial, foi fixado em 5%, concluiu-se que as amostras estavam saturadas ou muito próximas da saturação completa. Para a etapa de consolidação/adensamento, aplicaram-se incrementos na pressão confinante, até atingir a tensão efetiva desejada (50 kPa e 200 kPa), sendo finalizada quando a poropressão e a variação volumétrica se estabilizaram. Por fim, no cisalhamento as válvulas de drenagem da câmara triaxial permaneceram abertas de modo a permitir a medição da variação volumétrica, por ser ensaio drenado. Sendo este finalizado até atingir a deformação de 20%. Nas análises dos resultados considerou-se a correção da área do corpo de prova, baseado nas considerações de La Rochelle *et al.* (1988).

3.4 MATERIAIS

Neste estudo os materiais analisados são: (i) rejeito de minério de ferro (material base a ser estabilizado); (ii) escória de alto forno (precursor); (iii) silicato de sódio (ativador alcalino); (iv) hidróxido de sódio (ativador alcalino). Ainda para controle e comparação foi utilizado o (v) cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI), como estabilizador do rejeito. Sendo descritos neste item as condições dos materiais desde a coleta até o preparo para as misturas estudadas, e a caracterização física, química e mineralógica obtidas pelos métodos estabelecidos.

3.4.1 Rejeito de Minério de Ferro

O rejeito em estudo é proveniente do beneficiamento de minério de ferro, através do processo de filtragem. Neste processamento as partículas sólidas (grãos finos e grossos) sem valor econômico, são misturadas e passam por um desague, gerando placas de rejeitos praticamente secas, que posteriormente são dispostas em pilhas.

O material em campo apresenta uma umidade entre 15 a 20%, e características visuais e táteis de material predominantemente fino, e é oriundo do estado de Minas Gerais. A Figura 3.8 mostra o rejeito desde o local de depósito (a), seguidamente ao transporte para laboratório (b) e após passar pela preparação da amostra (c), seguindo a NBR 6457 (ABNT, 2016a), sendo destorroado e passante na peneira nº10 com abertura da malha de 2mm.



Figura 3.8 - Rejeito de minério de ferro (a) local de disposição (MIGUEL, 2022), (b) após transporte para laboratório (c) após preparação para ensaios.

Seguindo a prescrição da NBR 7181 (ABNT, 2018a), foi executado o ensaio de granulometria do rejeito, o qual é apresentado na Figura 3.9 a curva granulométrica, e as porcentagens de partículas de acordo com suas dimensões na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Proporções das partículas no rejeito.

Faixas Granulométricas	Rejeito de minério de ferro	
	Com Defloc.	Sem Defloc.
Argila (<0,002 mm)	36,77%	2,75%
Silte (entre 0,002 e 0,06 mm)	47,92%	68,32%
Areia fina (entre 0,06 e 0,2 mm)	14,81%	28,23%
Areia média (entre 0,2 e 0,6 mm)	0,50%	0,69%

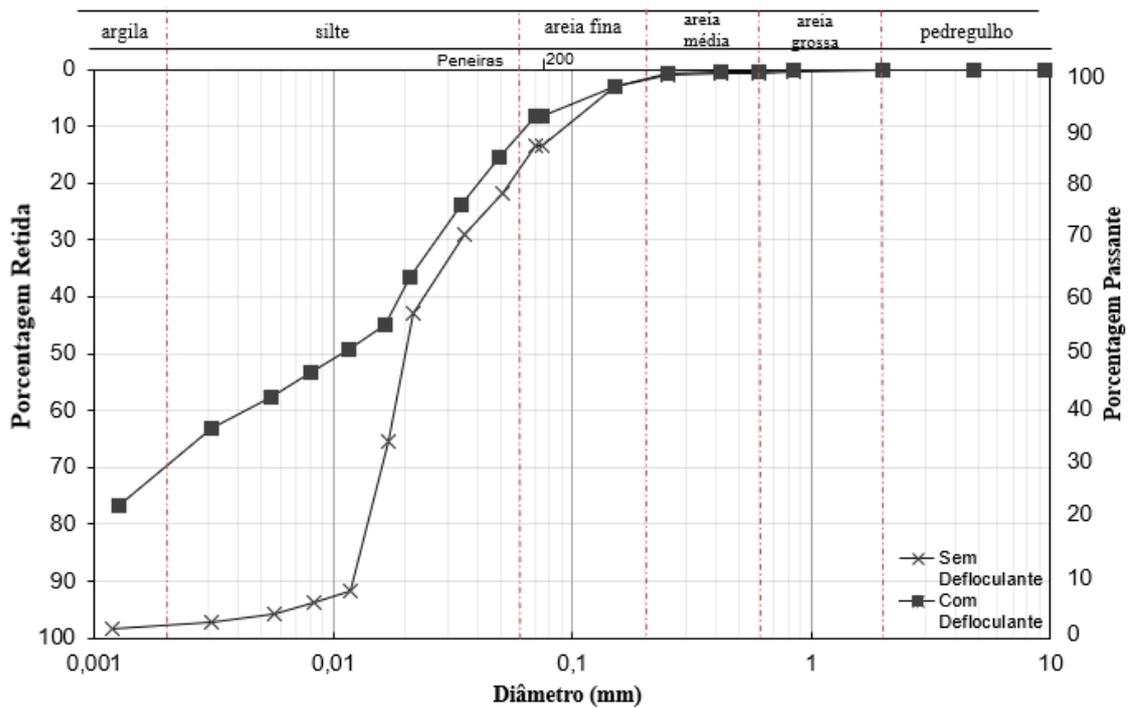


Figura 3.9 - Distribuição granulométrica para o rejeito de minério de ferro.

Diante ao exposto, percebe-se a influência do uso do agente dispersor no rejeito, evidenciando curvas granulométricas não coincidentes, principalmente, em relação a quantidade de partículas argilosas. O agente dispersor tem o objetivo de separar cada partícula para que se sedimentem isoladamente. Ou seja, proporciona uma melhor interpretação das reais constituições por cada tamanho de grão, agrupando-os de acordo com as faixas granulométricas classificatórias.

Dessa maneira, entende-se que o uso do defloculante, gerou uma melhor caracterização do material, e conseqüentemente, o ensaio somente com água destilada (sem defloculante), pode ter subestimado as quantidades reais de cada partícula. Visto que, as partículas de argilas são muito pequenas ($<0,002\text{mm}$) facilitando uma aglomeração das mesmas, e conseqüente estruturas de grãos com tamanhos maiores, como siltes e areias. Outro fato relevante, é a tendência das curvas se coincidirem a partir de diâmetros maiores que $0,02$, mostrando que a discrepância entre as duas curvas, liga-se diretamente com partículas menores que $0,02$. Alguns autores que estudaram rejeito de minério de ferro, também encontraram divergências em curvas com o agente dispersor e sem. No próprio estudo de solos, Chagas (2014), obteve o aumento da quantidade de cerca de 40% de areia, sem o uso de defloculante, resultando em nenhuma quantidade encontrada de argila, que com o defloculante correspondia a 37%. Dessa forma, é evidente que a ausência do defloculante menospreza a proporção real de partículas do tamanho de argilas.

Baseado na revisão bibliográfica deste trabalho, os rejeitos em geral tendem a ser bastante heterogêneos em suas características, visto que, dependem do processo de beneficiamento do minério, do tipo de minério bruto extraído, das condições de disposição, do local de coleta, etc. A maioria dos estudos com rejeitos de minério de ferro, tendem a apresentar porcentagens muito baixas de grãos de argila, com predominância de silte e areia. No entanto, a maioria destes, estudaram rejeitos granulares resultantes do processo de beneficiamento do minério de ferro, já o rejeito desta pesquisa apresenta características mais similares com as lamas, parte fina gerada no beneficiamento (Figura 3.11). Entretanto as lamas apresentam altos teores de umidade com menores teores de sólidos, sendo o contrário para o rejeito em estudo, que é oriundo do processo de filtragem e desague, com maior teor de sólidos do que de umidade. A grande quantidade de partículas finas ($<0,15$ mm) retidas nas peneiras de sedimentação, são apresentadas na Figura 3.10, e os demais resultados da caracterização física na Tabela 3.4.

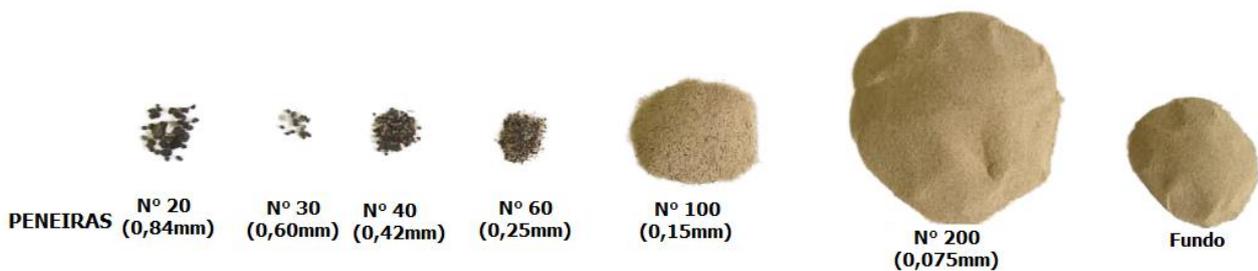


Figura 3.10 - Frações de RMF retidas em cada peneira pela sedimentação.

Tabela 3.4 - Características físicas obtidas para o RMF.

Propriedade	Resultado
Limite de Liquidez (%)	24,02%
Limite de Plasticidade (%)	NP
Índice de Plasticidade (%)	NP
Massa específica real dos grãos (g/cm ³)	3,087
Classificação (ASTM D2487)	ML (Silte-argiloso)

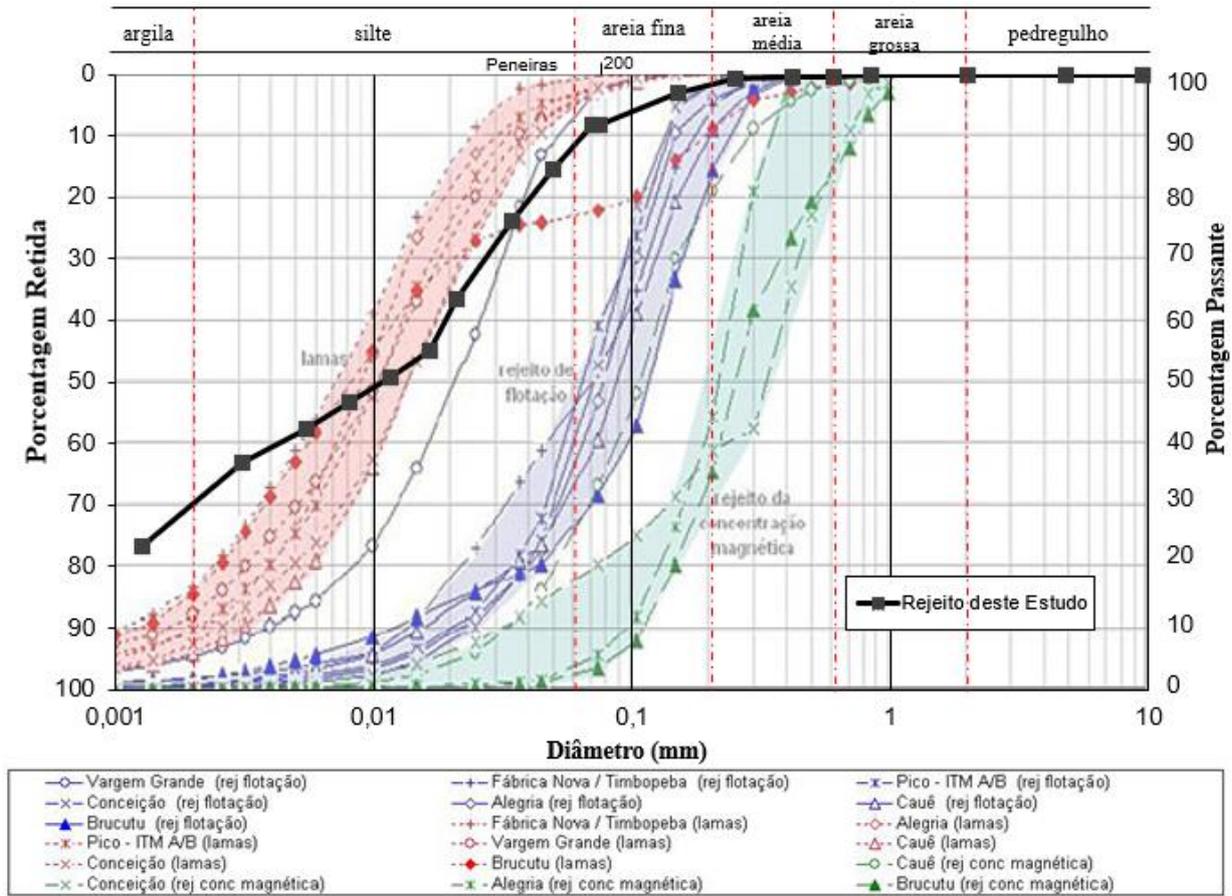


Figura 3.11 – Comparativo da granulometria de rejeitos de minério de ferro (Adaptado de Guimarães, pg. 61, 2011).

Diante dos resultados obtidos dos índices de consistência, destaca-se uma grande dificuldade na realização dos mesmos, principalmente pela predominância de partículas siltosas, características de baixos valores de limites de liquidez e menor compressibilidade. Menezes (2017) encontrou valores similares de limite de liquidez para o rejeito fino de minério de ferro, na ordem de 27,73%. Quanto a plasticidade, a NBR 7180 (ABNT, 2016b), considera satisfatório o resultado, quando pelo menos três amostras não se diferem da respectiva média em mais que 5%. No entanto, dentre os 3 ensaios realizados de plasticidade, se obteve de um a dois valores satisfatórios. Junto a isso, a grande dificuldade durante a realização do ensaio, para a formação de cilindros de material com 3mm de diâmetro, conclui-se que o rejeito em estudo é não plástico (NP). Mesmo apresentando uma considerável quantidade de partículas do tamanho de argilas, não é o suficiente para promover nenhuma plasticidade, conforme o mesmo encontrado por Bento (2017) em seu estudo de rejeitos filtrados de minério de ferro.

A massa específica encontrada é coerente com os valores obtidos nos estudos apresentados na bibliografia (*vide* Tabela 2.2). Os resultados do ensaio Proctor de compactação são apresentados na Figura 3.12. Percebe-se no gráfico que uma energia de compactação maior proporciona um aumento da massa específica seca e conseqüente redução do teor de umidade. Destacado em vermelho, apresenta-se a umidade ótima e massa específica seca máxima consideradas como base para adoção das variáveis deste estudo.

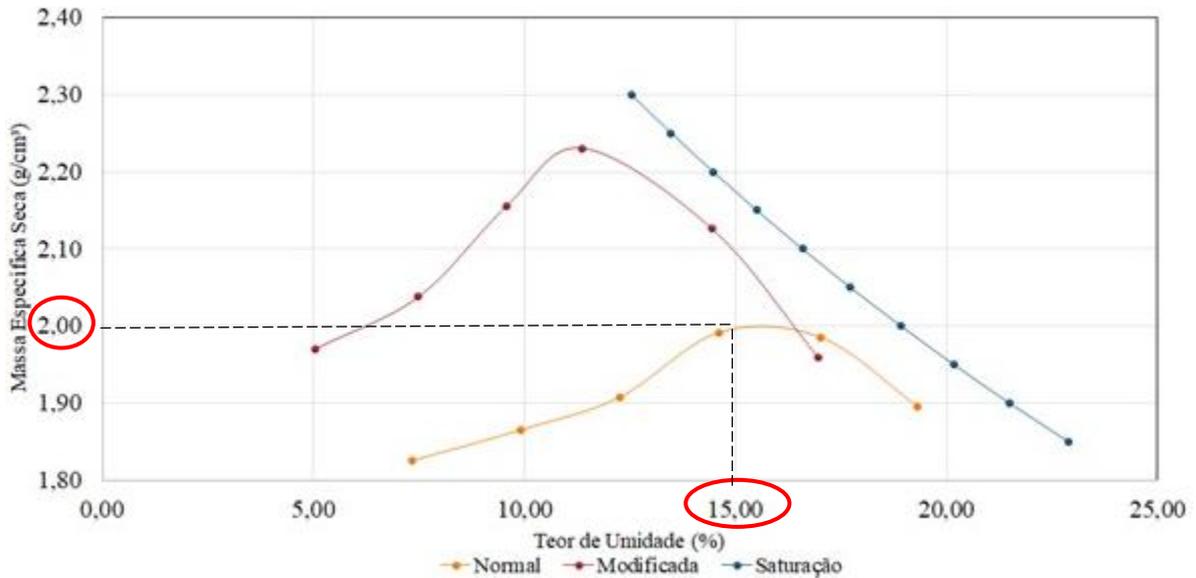


Figura 3.12 – Curva de compactação do rejeito em estudo.

Como o rejeito não corresponde a um material geotécnico convencional e com características relativamente conhecidas, se faz necessária uma caracterização completa. Dessa forma, a seguir são apresentados os resultados dos ensaios químicos e mineralógicos.

A fluorescência de raios-X apresentada na Tabela 3.5, apresenta a composição química em porcentagem do rejeito em estudo, obtida através do espectrograma de fluorescência de raios-X. Sendo constituído basicamente de óxidos de ferro, silício, magnésio e alumínio, nesta ordem de magnitude dos teores. Seguindo uma coerência com a bibliografia apresentada (*vide* Tabela 2.4), visto que, essas características são ligadas diretamente com a composição da rocha de origem e dos diferentes processos de intemperismo sofrido, e por isso apresentam disparidade nas porcentagens.

Tabela 3.5 – Composição química do rejeito em estudo.

Fe₂O₃	SiO₂	Al₂O₃	MnO	CaO	Ti₂O	MgO	SrO	ZrO₂	Outros
46,10%	24,90%	11,60%	1,17%	0,16%	0,43%	15,03%	0,004%	0,01%	2,59%

Os resultados do ensaio de difratograma de raios-X são expostos na Figura 3.13. Sendo possível identificar picos de caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), quartzo (SiO_2), hematita (Fe_2O_3), goethita ($\text{FeO}(\text{OH})$), gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$) e muscovita ($\text{KAl}_2[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}](\text{OH},\text{F})_2$). Estando em consonância com os minerais encontrados em outras pesquisas de rejeitos de minério de ferro (*vide* Tabela 2.3).

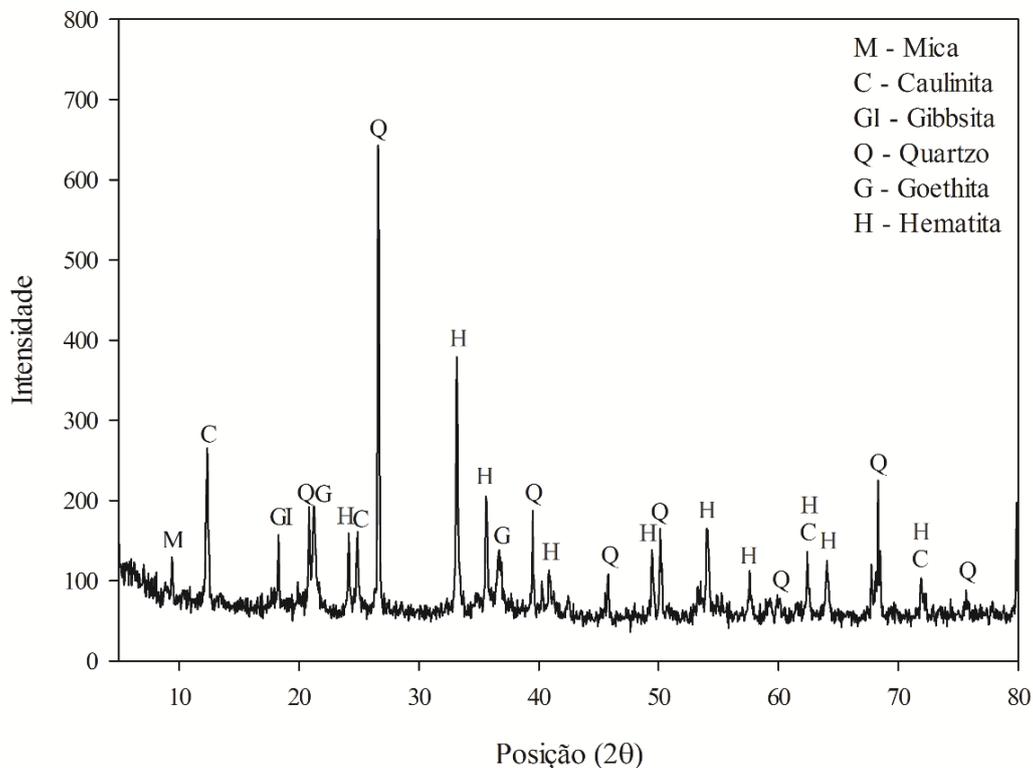


Figura 3.13 – Ensaio DRX do rejeito em estudo.

3.4.2 Escória de Alto Forno

A escória de alto forno é oriunda da produção de ferro gusa, também proveniente do estado de Minas Gerais, da mesma empresa que dispôs o rejeito para estudo, sendo este o principal motivo do uso deste precursor na pesquisa, podendo propor uma utilização ao rejeito aplicando os materiais da própria empresa. Na Figura 3.14 (a) percebe-se a aparência do material após o recebimento em laboratório, com partículas predominantemente granulares, e coloração

heterogênea. A seguir, passou por moagem no equipamento de Abrasão Los Angeles (b), a fim de obter partículas passantes na peneira número 200 (0,075mm) (c).

Com a granulometria apresentada na Figura 3.15, fica evidente a predominância de partículas mais granulares, como areias finas, seguidos de tamanhos de grãos de silte e argila. Sendo perceptível a mesma influência do uso do agente dispersor neste material como no rejeito, aglomerando as partículas e subestimando as faixas granulométricas (sem defloculante) (Tabela 3.6). Salienta-se que nesta pesquisa se utilizou somente o passante na peneira número 200 (0,075mm), pois grãos menores proporcionam maior reatividade na álcali-ativação (CAICEDO, 2020).

Para a massa específica real, obteve-se valor de 2,743 g/cm³, sendo congruente com outros estudos como, 2,96 g/cm³ (Sant'ana, 2003), 2,63 g/cm³ (Almeida, 2014), 2,80 g/cm³ (Menéndez; Bonavetti; Irassar, 2003). E também o valor obtido para este precursor é bem similar a massa específica do cimento Portland, que varia de 2,80 g/cm³ a 3,15 g/cm³.



Figura 3.14 – Escória de alto forno (a) após recebimento no laboratório (b) equipamento de moagem (c) após preparação para ensaios.

Tabela 3.6 - Características físicas obtidas para a EAF

Faixas Granulométricas	Escória de Alto Forno	
	Com Defloc.	Sem Defloc.
Argila (<0,002 mm)	24,93%	13,69%
Silte (entre 0,002 e 0,06 mm)	28,10%	33,72%
Areia fina (entre 0,06 e 0,2 mm)	44,77%	50,43%
Areia média (entre 0,2 e 0,6 mm)	2,20%	2,16%
Massa específica real dos grãos (g/cm ³)	2,743	

Para o ensaio de difratograma de raios-X foram encontrados picos de calcita (CaCO_3), quartzo (SiO_2), hematita (Fe_2O_3) (Figura 3.16). Estando em uniformidade com os minerais encontrados em outros estudos com escórias de alto forno, como o de Aziz *et al.* (2021), que analisou duas escórias oriundas de empresas diferentes, mas com os mesmos minerais localizados.

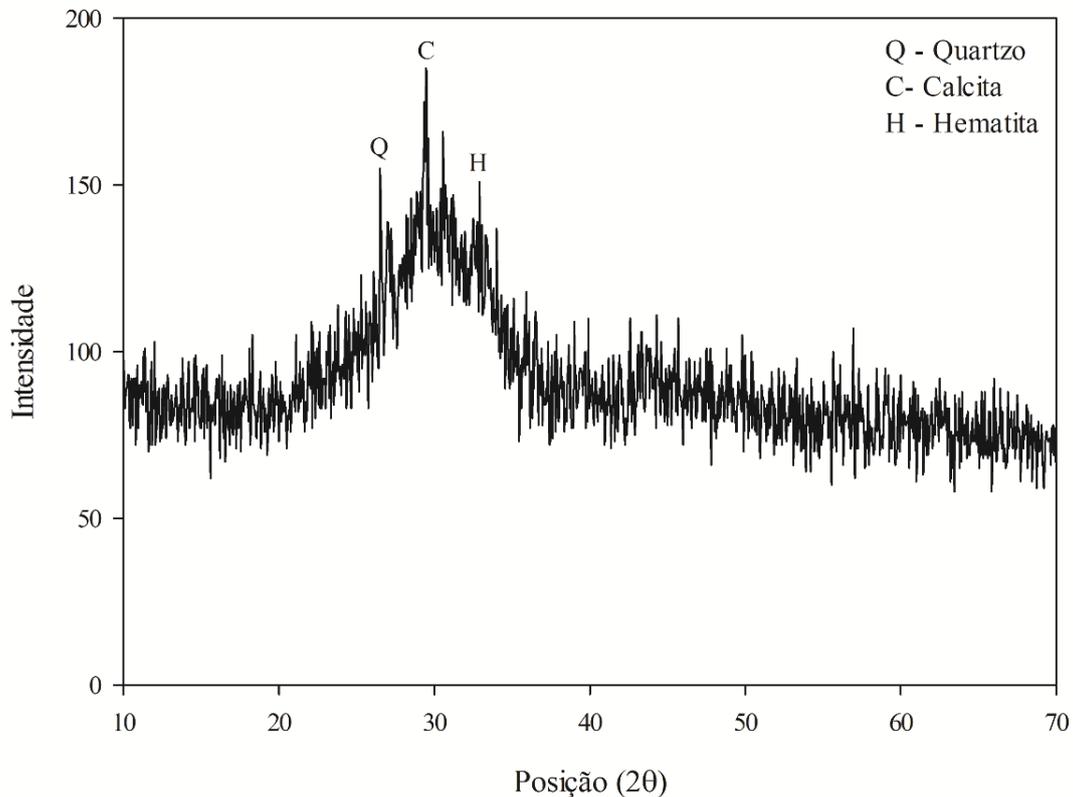


Figura 3.16 – Ensaio de DRX da EAF em estudo.

3.4.3 Silicato de Sódio (SS)

Como um dos ativadores alcalinos foi utilizado o silicato de sódio puro (Na_2SiO_3) em estado sólido (pó), vendido pela empresa RF Química do município de Porto Alegre/RS, sendo produzido pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda. É composto por 63% de dióxido de silício (SiO_2), 18% de óxido de sódio (Na_2O) e 19% de água (H_2O), e apresenta uma densidade relativa de $2,61 \text{ g/cm}^3$. Tem um peso molecular de $122,06 \text{ g/mol}$ e um pH de 12,5 a 10 g/l. De acordo com especificações, é um material altamente tóxico e corrosivo, tendo ponto de fusão igual a 1090°C . O ativador tem coloração branca e aspecto de pó fino, como expõe na Figura 3.17a.

3.4.4 Hidróxido de Sódio (HS)

Como outro ativador alcalino, foi utilizado o hidróxido de sódio (NaOH) em estado sólido, com aspecto de micropérolas de pureza analítica de 98%, também vendido pela empresa RF Química do município de Porto Alegre/RS, e produzido pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda. Sua composição é formada por 77,5% de óxido de sódio (Na₂O) e 22,5% de água (H₂O), e apresenta uma densidade relativa de 2,13 g/cm³. É conhecido também como soda caustica, com um peso molecular de 40 g/mol e um pH de 14 a 50 g/l. Conforme especificações, consiste num material altamente tóxico e corrosivo, tendo ponto de fusão igual a 318°C. Ressalta-se ainda a alta solubilidade em água e uma dissolução exotérmica, que libera energia em forma de calor. O ativador é inodoro de coloração branca, como expõe na Figura 3.17b. Ressalta-se que nesta pesquisa foi usado a mistura dos dois ativadores para reatividade da escória de alto forno, exatamente como recebido pela empresa.

3.4.5 Cimento CPV-ARI

O cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI) foi utilizado com intuito de proporcionar uma comparação e controle com as misturas de rejeito álcali-ativado. Sendo escolhido por ter ganhos de resistência à estreitos tempos de cura, comportamento similar às misturas com ativação alcalina. É um produto aglomerante comercial, que se diferencia dos outros tipos de cimento Portland, em função da mudança nas dosagens de calcário e argila para produção do clínquer, com pequenas ou nulas adições em sua composição (excepcionalmente pode conter até 5% de material carbonático). E principalmente pelo ganho de resistência inicial, por isso é indicado para obras que necessitam de elevada resistência mecânica em período curto, podendo alcançar resistências à compressão superiores a 14 MPa com um dia de cura (ABNT NBR 16697, 2018).

O material usado nesta pesquisa, é fabricado pela empresa InterCement Brasil - cimentos Cauê, com sede em São Paulo/SP, mas comercializado também na região do estado no Rio Grande do Sul. Possui uma coloração cinza e aspecto de pó fino (Figura 3.17c), com massa específica de 3,12 g/cm³. Foi executado o ensaio de difração de raios-X conforme apresenta a Figura 3.18, sendo encontrados picos de silicato de cálcio ou larnita (Ca₂SiO₄).

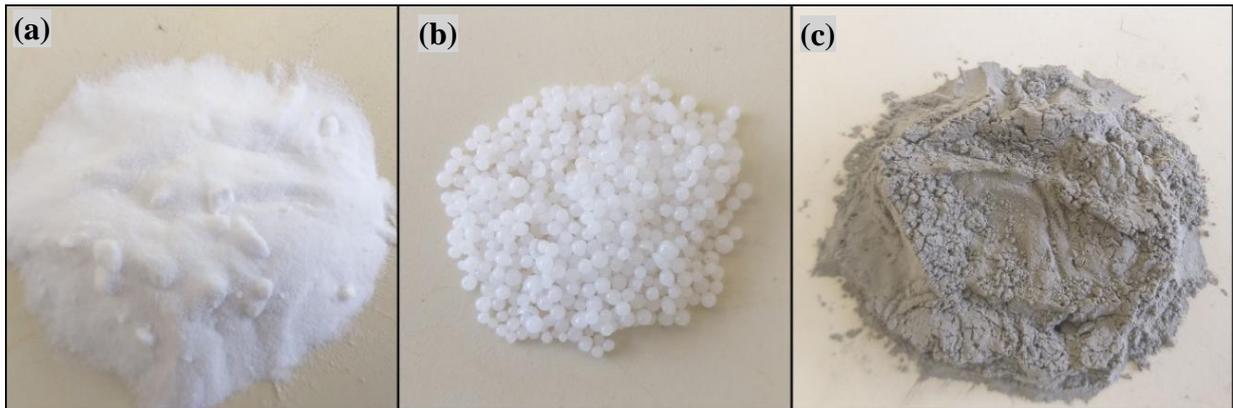


Figura 3.17 – Materiais preparados para ensaios (a) silicato de sódio (b) hidróxido de sódio (c) cimento Portland de alta resistência.

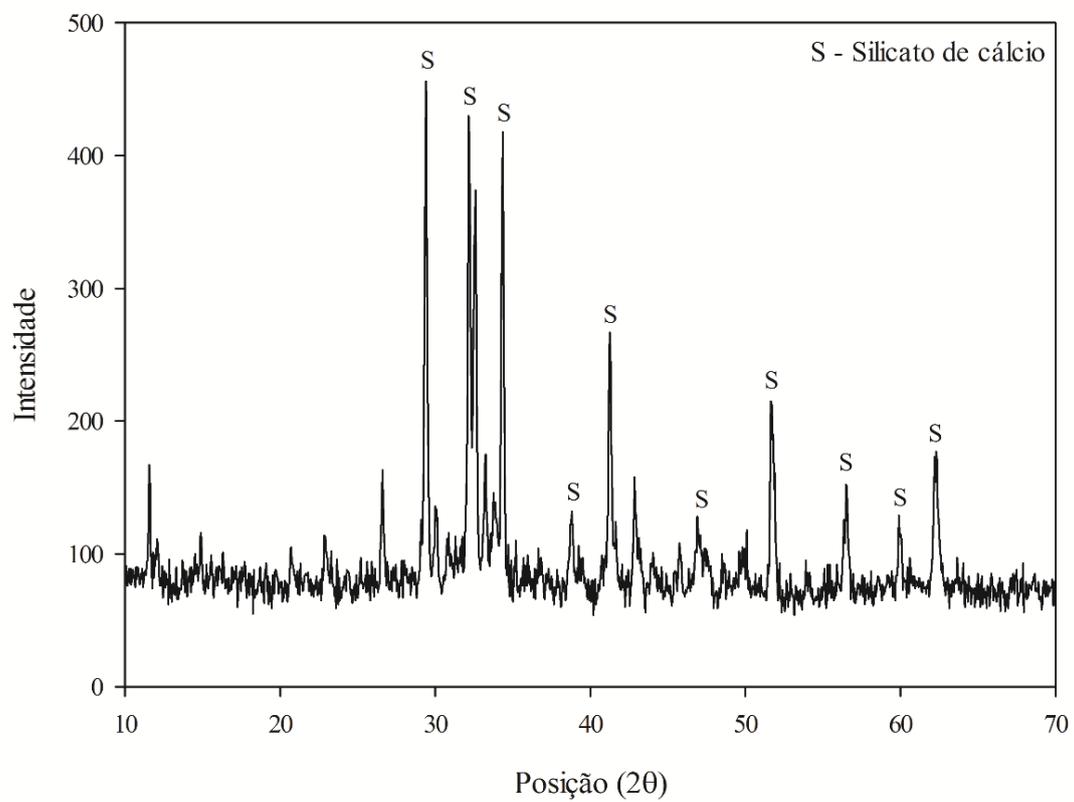


Figura 3.18 – DRX do cimento Portland de alta resistência inicial.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados dos ensaios laboratoriais desta pesquisa, divididos de acordo com a ordem de etapa experimental desenvolvida.

4.1 OTIMIZAÇÃO DO LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO

Nesta segunda etapa experimental, após a caracterização dos materiais utilizados na pesquisa, realizou-se a otimização do ligante álcali ativado empregando a metodologia da superfície de resposta (MSR), através de um projeto composto de segunda ordem (PCSO). A principal finalidade é obter a dosagem deste ligante alcalino, definindo teores de precursor (escória de alto forno) e ativadores alcalinos (silicato de sódio e hidróxido de sódio), que maximizem a resposta mecânica através da realização de ensaios de resistência à compressão simples (qu). Algumas variáveis foram fixadas nesta etapa, como: peso específico aparente seco de 19kN/m^3 , teor de ligante álcali ativado de 10%, teor de umidade ótimo de 15%, tempo de cura de 7 dias e temperatura de cura de 23°C . Para a análise dos resultados obtidos, levando em conta a significância dos efeitos principais, suas interações e a verificação da presença de curvatura, utilizou-se um *software* estatístico avançado com análise preditiva, aplicando a análise de variância (ANOVA) em um nível de significância de 5% (Valor-P < 0,05).

4.1.2 Região experimental

Partindo de estudos de cimentos alcalinos com uso de escória de alto forno em compósitos da construção civil, sabe-se que a porcentagem de álcalis ideal para uma efetiva ativação alcalina varia entre 3% e 6% de Na_2O (óxido de sódio) por peso da escória. Assim como, os ativadores alcalinos como hidróxido de sódio e silicato de sódio usados em conjunto, permitem controlar os tempos de cura, e podem alcançar mais de 50MPa de resistência à compressão simples para concretos, cimentos e argamassas. Visto que, o uso separado do hidróxido de sódio para ativação da escória proporciona ganhos mais significativos de resistência no decorrer do tempo, e uso isolado do silicato de sódio oferece maiores magnitudes de resistências (WANG; SCRIVENER; PRATT, 1994; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PUERTAS, 2003; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO; PUERTAS, 1999).

No entanto, ainda não existem estudos focados na engenharia geotécnica, com a estabilização de rejeito de minério de ferro álcali ativado com escória de alto forno (precursor), sendo necessário realizar essa otimização para encontrar os teores ideais neste ligante alcalino. A região experimental adotada, teve como base encontrar a relação ideal das razões molares de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (sílico-aluminatos) e $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (sódio-silicatos), que foram calculadas considerando as proporções de cada componente presente no precursor e nos ativadores alcalinos, que maximizassem o comportamento mecânico na mistura.

Ressalta-se que num primeiro momento diversos testes foram executados, considerando diferentes metodologias analisadas, mas não foram eficientes. Visto que, não geravam uma cimentação nas misturas, que ocasionava a desintegração dos corpos de prova quando imersos em água, com 24 horas antes do rompimento no ensaio de compressão simples aos 7 dias de cura. Assim, a metodologia de dosagem que se adequou foi referente as razões molares de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, como citado anteriormente. Apresentando na Figura 4.1 as regiões experimentais analisadas com respectivas ordens da testagem, a fim de, obter a otimização ótima deste ligante (região em verde).

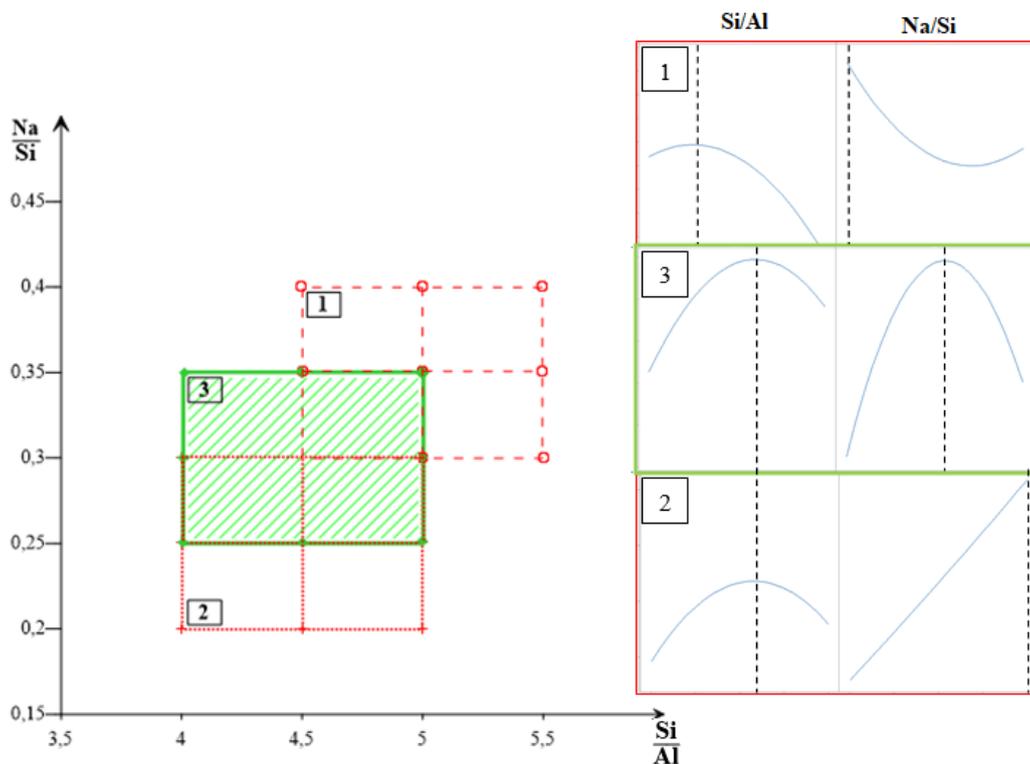


Figura 4.1 – Região experimental de otimização do CAA.

Pode-se observar que na primeira região testada a relação de $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (Na/Si), não obteve um ponto ótimo máximo, demonstrando que com o aumento da relação, ocorreu uma diminuição da resistência mecânica obtida. Por outro lado, a relação de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Si/Al) demonstrou-se próxima de uma otimização, sendo visível existência de pico, no entanto com pouca evidência, já que a maior resistência se obteve com menores relações. As resistências nesta primeira testagem ficaram entre 3,4 MPa e 5,61 MPa.

Com isso, prosseguiu-se para mais testes considerando que era necessário diminuir pelo menos um ponto na relação de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, e diminuir também as razões de $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, realizando a testagem 2. Que atingiu resistências que variaram entre 2,54 e 5,61 MPa. Como esperado obteve-se a otimização de Si/Al. Porém a relação de Na/Si, ainda apresentava ausência de pico, com ganho de resistência proporcional conforme aumentava-se as razões. Demonstrando que seria necessário adoção de razões intermediárias entre as duas testagens, para então encontrar o valor ótimo. Deste modo, o método de subida mais íngreme foi utilizado, o qual consiste no processo de se mover sequencialmente na direção do aumento máximo da resposta.

Com a terceira região testada, obteve-se a otimização das relações de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, que maximizaram a resposta da resistência à compressão simples das misturas. Que nesta testagem variaram entre 3,30 MPa e 5,61 MPa. Segundo afirma Rivera *et al.* (2016), com uma certa combinação de razões molares, que dependem da composição do precursor e das propriedades do ativador, vai existir um valor de resistência de pico, que resulta nesta otimização, como pode ser visto na Figura 4.2 e as variáveis adotadas na Tabela 4.1.

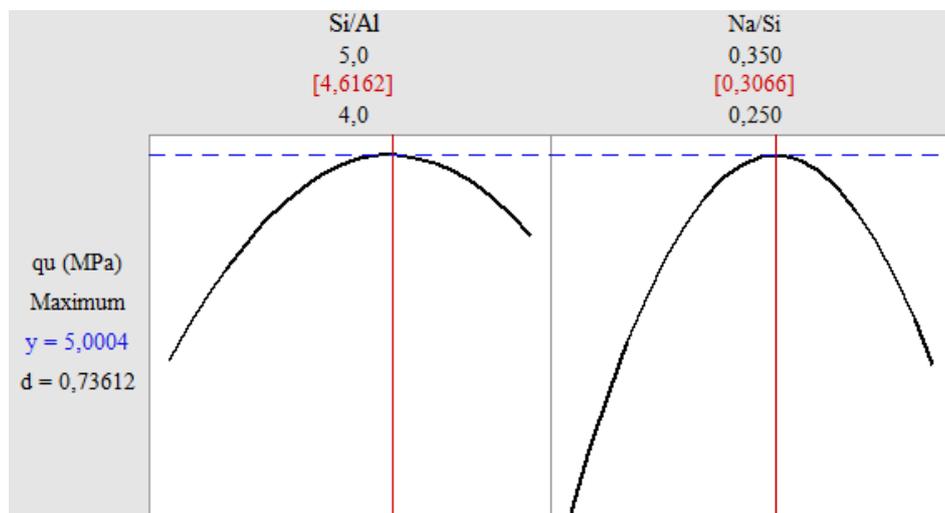


Figura 4.2 – Otimização do ligante álcali ativado.

Tabela 4.1 – Definição dos níveis para as variáveis em estudo.

Nível	Variável	
	Si/Al	Na/Si
Inferior (-)	4,00	0,25
Superior (+)	5,00	0,35
Ponto Central	4,50	0,30

Conforme Güllü & Fedakar (2017), a otimização baseia-se numa função de desejabilidade (d), que varia de zero a um. Os quais representam, com valor de zero, que a resposta está fora dos limites aceitáveis pré-definidos, já com valor de 1 (um), representa o caso ideal, resultado favorável. Nesta otimização o valor $d = 0,74$ se mostrou eficiente e mais próximo de um, mostrando que é 74% um resultado favorável.

Dessa forma, as relações ideais para dosagem do ligante álcali ativado, adotadas para prosseguir as etapas seguintes da pesquisa, foram de $Si/Al = 4,616$ e $Na/Si = 0,307$.

4.1.2 Metodologia da superfície de resposta (MSR)

Este método tem intuito de otimizar a resposta de interesse quando a mesma é influenciada por diversas variáveis. As respostas com uso desta metodologia geralmente podem ser modeladas com uma função linear (projeto de primeira ordem) ou quando apresentam curvatura como função quadrática (projeto composto de segunda ordem).

Com base em pesquisas anteriores com dados experimentais similares, o projeto composto de segunda ordem (PCSO) foi adotado para modelagem da superfície de resposta (RIVERA *et al.*, 2016; SERVI, 2022; JASKULSKI, 2022). Na Tabela 4.2 são apresentados os valores das razões molares adotadas na otimização com respectivas resistências à compressão simples obtidas no ensaio, que correspondem aos dados inseridos no software para análise da MSR e PCSO. Após a inserção dos dados no software estatístico e considerando a significância dos efeitos quadráticos principais e suas interações, aplica-se a análise da variância (ANOVA) em um nível de significância de 5% (Valor- $P < 0,05$). Os resultados obtidos são expostos na Tabela 4.3 a seguir.

Tabela 4.2 – Dados inseridos para análise através PCSO.

Ordem	Si/Al	Na/Si	qu (MPa)	Ordem	Si/Al	Na/Si	qu (MPa)
1	4,00	0,25	3,65	15	5,00	0,30	4,83
2	5,00	0,25	3,30	16	4,50	0,25	3,98
3	4,00	0,35	4,16	17	4,50	0,35	3,83
4	5,00	0,35	4,51	18	4,50	0,30	5,25
5	4,00	0,30	3,97	19	4,00	0,25	3,59
6	5,00	0,30	4,83	20	5,00	0,25	3,87
7	4,50	0,25	4,02	21	4,00	0,35	4,18
8	4,50	0,35	4,32	22	5,00	0,35	4,56
9	4,50	0,30	5,43	23	4,00	0,30	3,96
10	4,00	0,25	3,95	24	5,00	0,30	4,64
11	5,00	0,25	3,81	25	4,50	0,25	4,10
12	4,00	0,35	4,11	26	4,50	0,35	3,74
13	5,00	0,35	4,06	27	4,50	0,30	5,61
14	4,00	0,30	4,04				

Tabela 4.3 – Análise da variância para a otimização do LAA.

Termo	Graus de liberdade	Soma dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
<u>Linear</u>	2	1,00444	0,50222	3,470	0,0500	-
Si/Al	1	0,43556	0,43556	3,010	0,0970	Não
Na/Si	1	0,56889	0,56889	3,930	0,0610	Não
<u>Quadrado</u>	2	4,10733	2,05367	14,200	0,0000	-
(Si/Al) ²	1	0,79207	0,79207	5,480	0,0029	Sim
(Na/Si) ²	1	3,31527	3,31527	22,930	0,0000	Sim
<u>Interação</u>	1	0,06601	0,06601	0,460	0,507	-
Si/Al * Na/Si	1	0,06601	0,06601	0,460	0,507	Não
<u>Erro</u>	21	3,03641	0,14459	-	-	
Falta de ajuste	3	2,31655	0,77218	19,310	0,0000	
Erro puro	18	0,71987	0,03999			
Total	26	8,2142				

S (desvio padrão) = 0,1838 | R² = 78,05% | R²aj (ajustado para graus de liberdade) = 74,23% | R² pred = 71,43%

Através da ANOVA as variáveis de razões molares foram avaliadas quanto sua significância, diante dos modelos lineares, quadráticos e de interação, na resposta mecânica obtida. Considera-se significativa na influência da resposta analisada, os valores – P menores que 0,05 (5%), concluindo que a modelagem linear com essas variáveis não é significativa na superfície de resposta. O que é coerente com obtido por autores como Rivera *et al.* (2016), que confirma que a relação entre a resistência mecânica do ligante álcali ativado e as razões molares iniciais de SiO₂/Al₂O₃ e Na₂O/SiO₂ geralmente não são lineares, e conseqüentemente não significativas. Já o efeito quadrático apresenta significância com valores de 0,003 e 0,000, o que era o esperado, pois

a modelagem apresenta uma curvatura e pico evidenciado nas duas variáveis analisadas. Quanto a interação entre as duas relações, percebe-se a insignificância na resposta, demonstrando que as razões não interagem entre si para influenciar no comportamento mecânico, agindo isoladamente para obter os resultados.

Montgomery (2009) comenta que os coeficientes de determinação R^2 e R^2_{aj} possibilitam a medição da qualidade global do modelo, como também, um valor de R^2_{aj} maior que 70% é recomendado para indicar a variável resposta em uma análise múltipla, já que é ajustado a quantidade de graus de liberdade do modelo. Da mesma forma, Gutiérrez & De La Vara (2012), reafirmam que para fins de otimização, o valor mínimo de coeficientes de determinação é 70%, obtendo valores acima disso, pode-se dizer que foi o modelo aplicado foi suficiente para validação da variabilidade das respostas. Dessa forma, com os valores obtidos de R^2 de 78,05%, R^2_{aj} de 74,23% e R^2_{pred} de 71,43%, conclui-se satisfatório o modelo utilizado nesta pesquisa. Complementarmente, Güllü & Fedakar (2017) e Montgomery (2004), apontam que a diferença entre os valores de R^2_{aj} e R^2_{pred} deve ser inferior a 20% para considerar a MSR eficaz, que nesta pesquisa se obteve diferença de 2,80%, reafirmando que esse modelo foi realmente validado.

Na Figura 4.3 é possível observar os gráficos das interações que influenciaram na resposta mecânica da otimização, sendo visível as funções quadráticas obtidas nas diferentes combinações geradas.

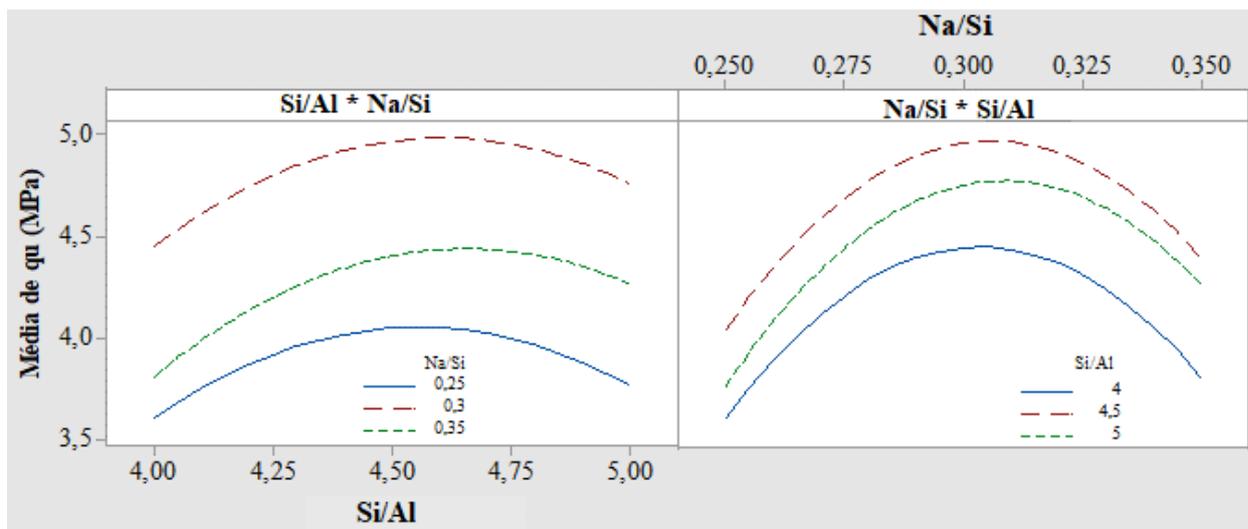


Figura 4.3 – Diagramas de efeitos de interações para q_u (MPa).

A seguir é apresentado na Figura 4.4 o gráfico da superfície de resposta obtida das diferentes combinações geradas e suas interações significativas, e também o gráfico de contorno que apresenta bem o ponto de pico, na Figura 4.5. A superfície de resposta foi definida a partir de uma regressão múltipla, com a finalidade de gerar a equação de regressão (Equação 4.1), que através desta correlação estatística, determina a RCS e permite modelar a variável de resposta no níveis dos fatores controláveis de estudo. Optou-se por excluir as interações não significativas da equação.

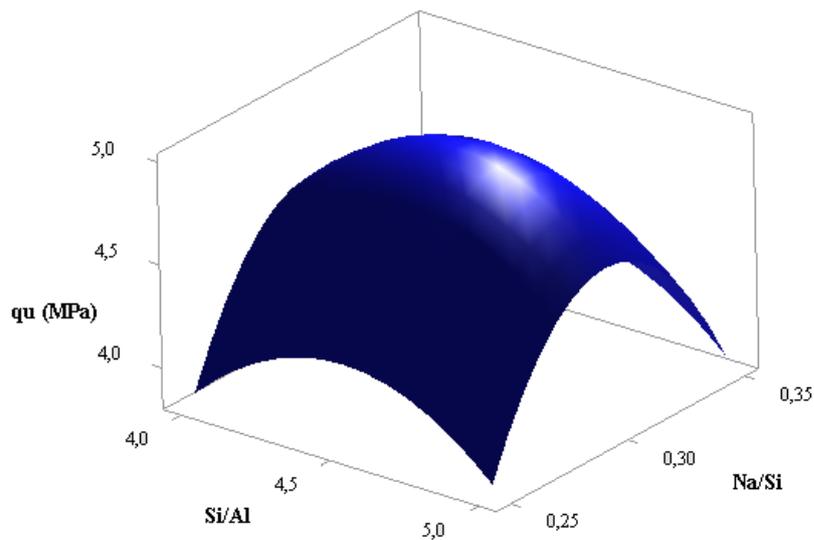


Figura 4.4 – Superfície de resposta gerada na otimização.

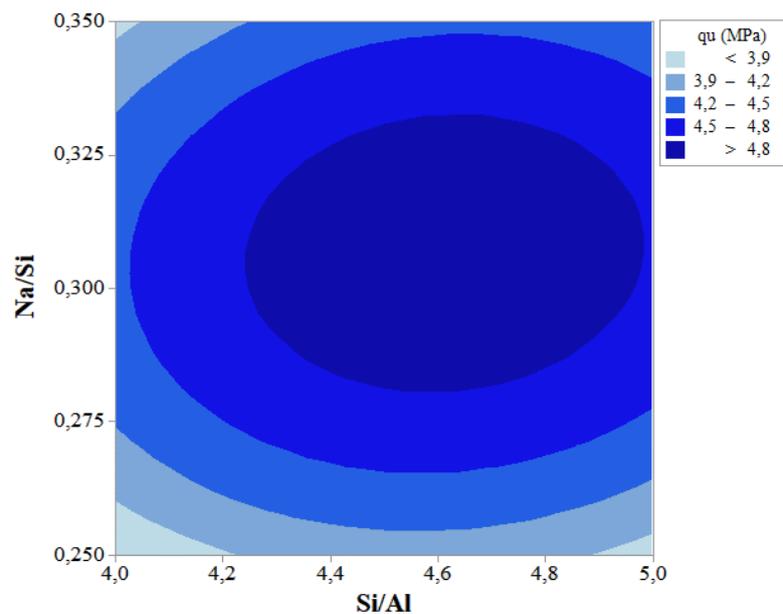


Figura 4.5 – Gráfico de contorno para a otimização.

$$q_u(MPa) = -49,7 - 1,453 \left(\frac{Si}{Al}\right)^2 - 297,3 \left(\frac{Na}{Si}\right)^2 \quad (4.1)$$

A fim de validar o modelo, Montgomery (2009) afirma que a análise dos resíduos é um dos fatores primordiais para a confirmação, considerando a verificação da distribuição normal dos resultados e a homogeneidade das variâncias de cada grupo. No caso de modelo de regressão múltipla, a verificação é feita analisando o gráfico de diagrama de resíduos (Figura 4.6).

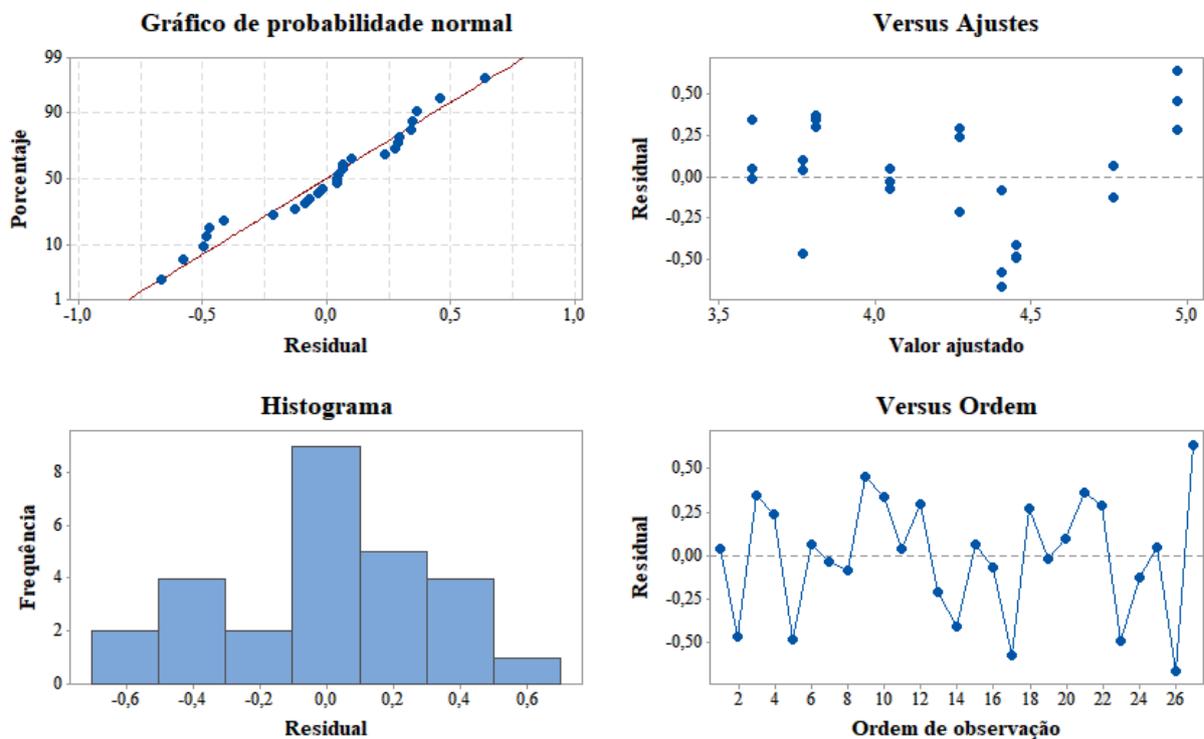


Figura 4.6 – Diagrama de resíduos da otimização.

Analisando a Figura 4.6, a partir do gráfico de probabilidade de dados, se avalia a suposição de normalidade, que nesta otimização foi alcançada suficientemente, já que, os pontos em azul encontram-se seguindo a linearidade da linha de normalidade. Fato este que é confirmado pelo histograma de frequência e resíduos. Observando o gráfico de residual pelo valor ajustado, tem-se uma homogeneidade da variância, pois os pontos são distribuídos verticalmente de forma aleatória dentro de uma faixa horizontal. O gráfico entre residual e ordem de observação apresenta a ordem de realização dos ensaios em função dos resíduos, e observa-se uma suposição de independência.

4.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO DAS MISTURAS DE REJEITO E AGENTE AGLOMERANTE: ETAPA SELETIVA

O comportamento mecânico desta etapa seletiva foi analisado através de ensaios de resistência à compressão simples, nas misturas de rejeito de minério de ferro com adição de ligante álcali-ativado (LAA), que é composto por escória de alto forno, silicato de sódio e hidróxido de sódio. As variações consideradas nas misturas, foram: (a) teor de ligante de 5%, 7,5% e 10%; (b) tempos de cura de 7 dias e 28 dias; e (c) pesos específicos aparentes secos de 18 kN/m³, 19 kN/m³ e 20 kN/m³. Tendo a temperatura de cura fixada em 23°C e umidade ótima de 15%.

Exatamente com as mesmas variações foram analisadas também misturas de rejeito de minério de ferro com adição de cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI). Com este ligante convencional foi realizado somente um corpo de prova para cada variação, optando por não realizar triplicatas como nas misturas com LAA, principalmente por consistirem em pontos de controle e comparação. Nesta etapa também se realizou a análise da correlação do teor de agente cimentício e porosidade para essas misturas.

4.2.1 Resistência à compressão simples - RCS

Primeiramente foram executados os ensaios nas misturas de rejeito de minério de ferro e cimento álcali ativado (CAA), e complementarmente as misturas de rejeito de minério de ferro e cimento Portland de alta resistência inicial (CPV-ARI).

Na Figura 4.1 são apresentados os resultados dos ensaios de resistência a compressão simples quanto à variação de agente aglomerante incorporado, para os tempos de cura de 7 dias e 28 dias, respectivamente. Mostrando na Figura 4.7 (a) e (b), as misturas de rejeito com cimento álcali ativado, e na Figura 4.7 (c) e (d), as misturas de rejeito com cimento Portland de alta resistência inicial. Para a observação do ganho de resistência devido à variável agente aglomerante, foi inserida uma equação linear (linha de tendência) para a análise dos resultados obtidos. Cada reta apresentada possui a mesmo peso específico aparente seco.

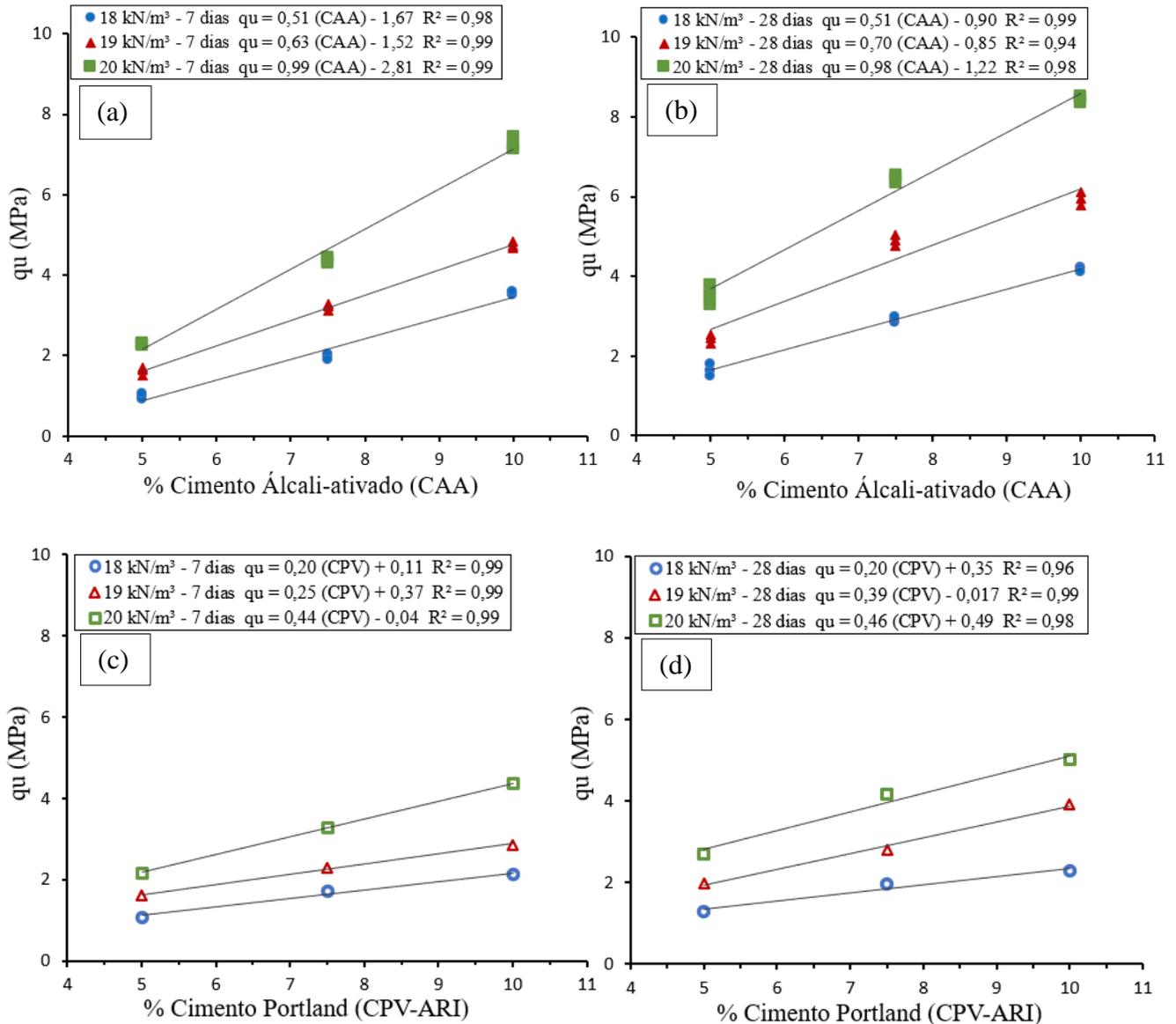


Figura 4.7 – Ajuste de reta na variação da resistência à compressão simples em relação ao teor de agente aglomerante nas misturas (a) CAA em 7 dias, (b) CAA em 28 dias, (c) CPV-ARI em 7 dias e (d) CPV-ARI em 28 dias.

Através dos gráficos apresentados, percebe-se que a reta de ajuste linear utilizada é suficiente para o delineamento do comportamento da resistência à compressão simples diante da variação do teor de agente aglomerante. Visto que, apresentou coeficientes de determinação (R^2) satisfatórios entre os resultados obtidos e a equação gerada, pois conforme Jarushi *et al.* (2015), para estudos da engenharia geotécnica, valores superiores a 0,90 de coeficientes de determinação, são classificados como muito fortes e com grande potencial de uso da equação.

Além disso, observa-se o ganho de resistência à compressão simples com o aumento do teor de agente aglomerante, do tempo de cura e do peso específico aparente seco, em todos os gráficos apresentados anteriormente. O que já era esperado, visto que, o incremento do cimento alcalino tende a proporcionar a formação de ligantes entre as partículas do material estabilizado, como silicoaluminato cálcico hidratado (C-A-S-H) e silicoaluminato alcalino hidratado (N-A-S-H). Já com a adição do cimento Portland, ocorre um incremento de Ca^+ no rejeito, que proporciona a formação de ligantes como silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e aluminato de cálcio hidratados (C-A-H), responsáveis pelo aumento da RCS (MALEK *et al.*, 2005; MIGUEL, 2020). Logo, quanto maiores os teores de cimentos, tanto alcalinos, como Portland, maiores foram as magnitudes da resistência mecânica encontrada.

Analisando os quatro gráficos apresentados e respectivas equações geradas, percebe-se que a taxa de crescimento da RCS devido a variação do teor de ligante (demonstrada pela inclinação da reta), que obteve menor valor foi a amostra curada por 28 dias, com agente aglomerante convencional (CPV-ARI) e com menor peso específico aparente seco (18 kN/m^3). Já a que obteve a maior magnitude da taxa de crescimento da RCS frente à adição do teor de ligante, foram as amostras curadas por 7 dias, com agente aglomerante alternativo (CAA) e com maior peso específico aparente seco (20 kN/m^3). Evidenciando assim, ganhos mais expressivos de RCS nas misturas de rejeito com cimento alcalino, em comparativo com misturas com adição de CPV-ARI, ficando perceptíveis pelas taxas de crescimentos encontradas nas equações. Bem como, os valores obtidos de resistência à compressão simples são maiores quando se adiciona CAA ao rejeito.

Referente ao tempo de cura, o mesmo se observa para os quatro gráficos apresentados, o ganho de RCS, com decorrer dos dias de cura analisados, indicando que esta variável viabiliza uma maior efetividade das reações químicas potencializando a influência dos teores de agente aglomerante. Ainda assim, percebe-se que os ganhos de RCS não se mostram muito expressivos quando comparados os tempos de cura, principalmente pelo uso de aglomerantes que proporcionam ganhos de resistências a curto prazo. O mesmo ganho de RCS é notado com a variação do peso específico, onde se observam maiores taxas de crescimento da resposta mecânica em função do teor de aglomerante, para as misturas de maior peso específico (menor porosidade), evidenciando que o maior contato entre as partículas promove uma maior efetividade da cimentação (SALDANHA, 2018).

A seguir a Figura 4.8 apresenta as mesmas misturas analisadas, no entanto, apresentando a RCS em função da porosidade nos dois tempos de cura estudados. Apresentando na Figura 4.8 (a) e (b),

as misturas de rejeito com cimento álcali ativado, com tempos de cura respectivamente de 7 e 28 dias, e na Figura 4.8 (c) e (d), as misturas de rejeito com cimento Portland de alta resistência inicial, também na mesma ordem de tempos de cura. Para a análise do ganho de resistência devido à variável porosidade, foi inserida uma equação linear (linha de tendência) para a análise dos resultados obtidos. Cada reta apresentada possui a mesma porcentagem de agente aglomerante.

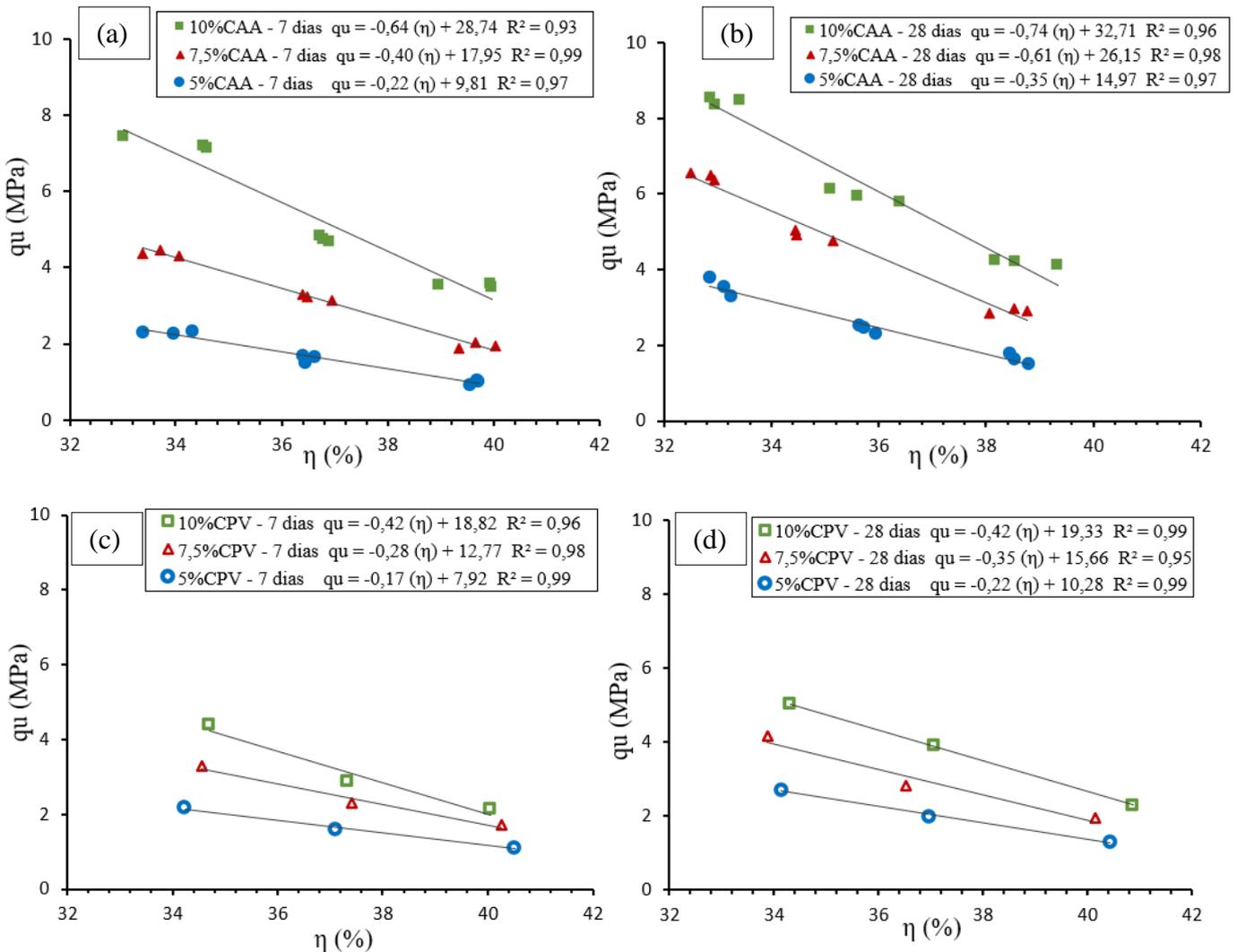


Figura 4.8 – Ajuste de reta na variação da resistência à compressão simples em relação à porosidade nas misturas com aglomerantes (a) CAA em 7 dias, (b) CAA em 28 dias, (c) CPV-ARI em 7 dias e (d) CPV-ARI em 28 dias.

Com os dados apresentados, percebe-se a influência da porosidade na variação do comportamento mecânico. Com a diminuição da porosidade das misturas, representada pelo aumento do peso específico aparente seco, ocorre um ganho da resistência à compressão simples (RCS). Este comportamento inversamente proporcional, apresentando retas em sentido decrescente, ocorre

devido a um maior número de contatos entre as partículas existentes, tornando a cimentação mais efetiva, quando se tem uma porosidade menor. Além disso, essa interação entre os grãos tende a favorecer uma maior capacidade de distribuição de tensões no interior da amostra e maior capacidade de mobilização de atrito, com consequentes ganhos de RCS. Quanto às retas de ajustes aplicadas aos resultados, ressalta-se que as mesmas representaram de forma satisfatória o comportamento da RCS em função da porosidade para ambas as misturas, apresentando coeficientes de determinação (R^2) superiores a 0,93.

Observando os ajustes das retas realizados para cada porcentagem de cimento adicionado, percebe-se ganhos mais expressivos de RCS, nas misturas com CAA. Como também, ganhos mais significativos em comparativo de tempo de cura, visto que os ganhos para CPV-ARI, foram em menores magnitudes conforme aumentou-se o tempo de cura. Em consonância com outros estudos com materiais geotécnicos e agentes aglomerantes convencionais, que indicam a baixa influência do tempo de cura no comportamento mecânico, principalmente comparada a outras variáveis como porosidade e teor de agente cimentante (BRUSCHI, 2020; CONSOLI *et al.*, 2022; SERVI, 2022). Isso se deve ao fato de o CPV-ARI apresentar elevadas resistências mecânicas em curtos períodos de cura, ou seja, a cimentação ocorre rapidamente e, portanto, com maiores períodos de cura tende a apresentar pouca variação de RCS, visto que, as ligações já se desenvolveram quase que completamente. Já com o CAA, a cimentação também ocorre em curtos períodos de cura, no entanto, a cimentação segue ocorrendo. Fato que supostamente foi ocasionado pela presença de hidróxido de sódio, pois segundo autores Wang; Scrivener; Pratt, (1994) e Fernández-Jiménez & Puertas (2003), escórias de alto forno ativadas somente com hidróxido de sódio apresentam ganhos de resistências maiores no decorrer do tempo, quando comparado com outros ativadores. Assim como apresentam também, maiores magnitudes de resistência em escórias de alto forno ativadas com silicato de sódio, do que com outros ativadores alcalinos. Dessa forma, entende-se que a mistura dos dois ativadores proporcionou tanto esse ganho de resistência mais significativo no decorrer do tempo, como também, maiores magnitudes de RCS, quando comparadas com misturas de cimento Portland convencional.

Analisando um comparativo entre os agentes aglomerantes em estudo, observa-se uma pequena diferença nos valores de porosidade nas adições com CPV-ARI, para uma mesma porcentagem de cimento e mesmo peso específico aparente seco que as misturas com CAA. Fato o qual se entende estar relacionado com o volume de vazios e o peso específico real de cada constituinte das misturas. Dado que o cimento apresenta um peso específico de $3,12 \text{ g/cm}^3$ e escória de alto forno $2,74 \text{ g/cm}^3$. Ficando perceptível, através da análise das equações de ajuste das retas geradas e das

resistências mecânicas obtidas, que o cimento alcalino foi mais efetivo na cimentação para o melhoramento do rejeito.

4.2.2 Correlações com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante (η/B_{iv})

De acordo com Foppa (2005), em seu estudo de solos artificialmente cimentados com cimento Portland, verificou que a taxa de variação de resistência entre volume de vazios e a taxa de variação de resistência do inverso do volume de agente cimentante não possuem a mesma grandeza. Verificando a relação entre resistência à compressão simples (q_u) e a razão da porosidade por teor volumétrico de cimento (η/C_{iv}). Como também, a utilização de um expoente no volume de agente cimentante (C_{iv}), gerando uma curva ajustada que pode ser utilizada para a estimativa da resistência à compressão simples, para solos artificialmente cimentados com cimento Portland. Esta relação vem sendo estudada por diversos autores e se mostra eficiente para prever outros parâmetros como resistência à tração na compressão diametral, módulo de elasticidade, durabilidade, etc. (Consoli *et al.*, 2007b, 2009a, 2009b, 2010b, 2011a, 2013, 2014b, 2017a, 2018).

No entanto, diversas pesquisas com outros tipos de agentes aglomerantes como, cal, materiais pozolânicos e ligantes alcalinos, vem sido recorrentes. Winter (2018) então propôs uma aprimorada na relação proposta anteriormente, com uso da razão entre porosidade e teor de volumétrico de agente aglomerante (η/B_{iv}). Este teor de volumétrico de agente aglomerante (B_{iv}) representa o conteúdo volumétrico de uma mescla de aglomerantes, ou cimentos alcalinos, não considerando somente o uso de cimento Portland convencional. Em seu estudo o autor obteve êxito na correlação de diversos parâmetros analisados, com diferentes agentes aglomerantes adotando como expoente interno o valor de 0,28, que é similar ao valor utilizado na literatura com uso de cimento Portland, evidenciando a possibilidade de uso do índice ($\eta/B_{iv}^{0,28}$).

Afim de traçar um comparativo entre os diferentes agentes aglomerantes do estudo (ligante álcali-ativado e cimento Portland convencional) será utilizado o índice η/B_{iv} de forma igual para ambos materiais. Deste modo, a Equação 4.2 expressa a relação entre a resistência à compressão simples (q_u) e a razão entre porosidade e teor volumétrico de agente aglomerante (B_{iv}). Os expoentes interno e externo adotados nesta pesquisa são apresentados juntos na equação, visto que, foram os valores que mais se adequaram para os resultados obtidos. Para o expoente externo considerou-se como ponto de partida na relação proposta por Diambra *et al.* (2017), com $E \approx 1/n$, ou seja, $E \approx 1/0,28 \approx 3,57$. Já o expoente interno foi definido por melhor se ajustar aos resultados, bem como, corresponder ao valor encontrado na literatura para esta metodologia incluindo diferentes tipos de

solo artificialmente cimentados (CONSOLI *et al.*, 2007, 2010, 2018, 2021b). Na equação a seguir, o termo D é o escalar da equação; n é o expoente interno adotado (0,28); E é o expoente externo adotado (4,25); η é a porosidade; B_{iv} é o conteúdo volumétrico do agente cimentante.

$$qu = D * \left(\frac{\eta}{B_{iv}^{0,28}} \right)^{-4,25} \quad (4.2)$$

A porosidade considerada é calculada através da quantidade de substância sólida (RMF+EAF) adicionada em cada mistura com suas variações e respectivos pesos unitários de sólidos, como apresenta a Equação 4.3. Onde RMF, EAF, correspondem respectivamente, aos teores de rejeito de minério de ferro, e escória de alto forno; onde γS_{RMF} , γS_{EAF} , e γd significam em ordem, ao peso unitário dos sólidos do RMF, ao peso unitário dos sólidos da EAF; e peso seco da mistura e teor de aglomerante.

$$\eta = 100 - 100 \left\{ \left(\frac{\gamma d}{\frac{RMF}{100} + \frac{EAF}{100}} \right) \left(\frac{\frac{RMF}{100} + \frac{EAF}{100}}{\gamma S_{RMF} \gamma S_{EAF}} \right) \right\} \quad (4.3)$$

Já o teor volumétrico de agente aglomerante (B_{iv}), calculado conforme Equação 4.4, considera a soma do teor volumétrico do precursor (V_{EAF}), visto que, os ativadores alcalinos se dissolvem em contato com a água, e estarão presentes nos vazios da amostra através da cimentação da escória de alto forno (precursora). Sendo assim; W_{EAF} corresponde ao peso total de escória de alto forno da mistura; e V_t o volume total da mistura compactada.

$$B_{iv} = \left(\frac{V_{EAF}}{V_t} \right) = \left(\frac{\frac{W_{EAF}}{\gamma S_{EAF}}}{V_t} \right) \quad (4.4)$$

Para as misturas de rejeito de minério de ferro e CPV-ARI, a porosidade e o teor volumétrico foram calculados da mesma forma, sendo considerado para o cálculo da porosidade a quantidade de substância sólida (RMF+CPV) adicionada em cada mistura com suas variações e respectivos pesos unitários de sólidos, como apresenta a Equação 4.5. Onde RMF, CPV, correspondem respectivamente, aos teores de rejeito de minério de ferro, e cimento Portland de alta resistência inicial; onde γS_{RMF} , γS_{CPV} , e γd significam em ordem, ao peso unitário dos sólidos do RMF, ao

peso unitário dos sólidos da CPV; e peso seco da mistura e teor de aglomerante. Para o teor volumétrico de agente aglomerante (B_{iv}), foi considerado o teor volumétrico do cimento adicionado (V_{CPV}), conforme Equação 4.6. Sendo assim; W_{CPV} corresponde ao peso total de cimento Portland de alta resistência inicial da mistura; e V_t o volume total da mistura compactada.

$$\eta = 100 - 100 \left\{ \left(\frac{\gamma d}{\frac{RMF}{100} + \frac{CPV}{100}} \right) \left(\frac{\frac{RMF}{100} + \frac{CPV}{100}}{\gamma S_{RMF} \gamma S_{CPV}} \right) \right\} \quad (4.5)$$

$$B_{iv} = \left(\frac{V_{CPV}}{V_t} \right) = \left(\frac{\frac{W_{CPV}}{\gamma S_{CPV}}}{V_t} \right) \quad (4.6)$$

Com isso, são apresentados os valores obtidos de resistência à compressão simples em função da razão η/B_{iv} para as misturas de rejeito de minério de ferro com ligante álcali-ativado, para 7 dias e 28 dias, com respectivas curvas e equações obtidas (Figura 4.9). Seguidamente a Figura 4.10 apresenta as misturas com cimento Portland para os mesmos tempos de cura.

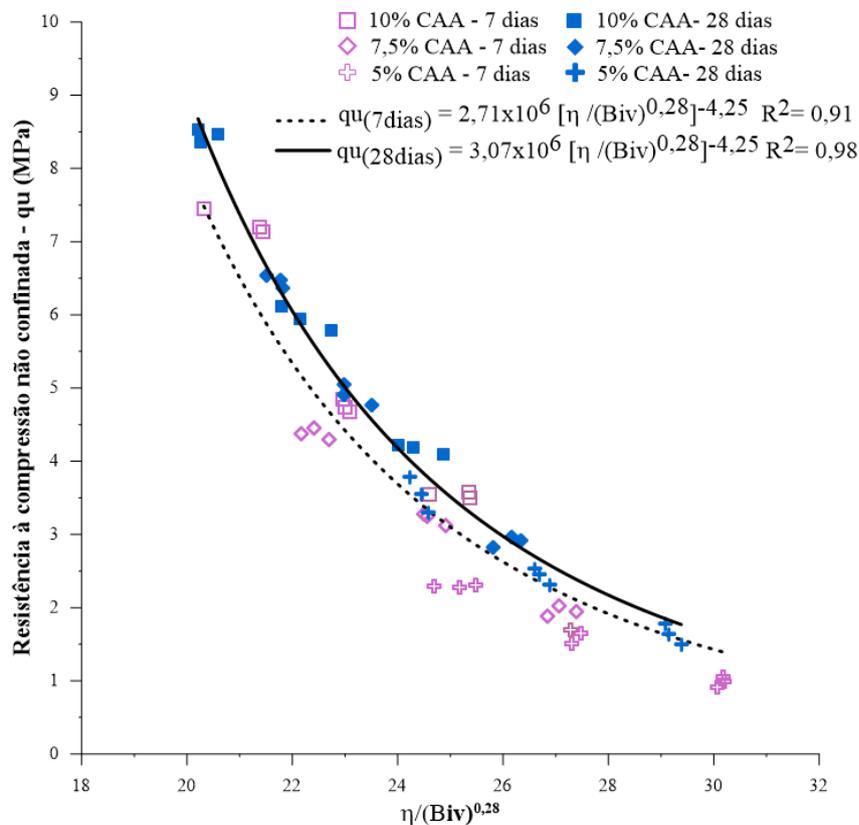


Figura 4.9 – Curva da relação de RCS e η/B_{iv} (CAA).

Em concordância ao verificado por diversos autores em estudos de álcali ativação (BRUSCHI, 2020; CAICEDO, 2020; SANTOS, 2021; SERVI, 2022) conforme o valor do índice η/B_{iv} aumenta ocorre uma diminuição na resistência à compressão simples. Esse comportamento inversamente proporcional, é explicado pela diminuição do intertravamento entre as partículas, causado pelo aumento da porosidade, e conseqüente, redução da mobilização de atrito entre as partículas e/ou uma menor precipitação de compostos cimentícios.

Quanto a influência do tempo de cura nas misturas, fica evidente que proporciona um aumento na magnitude das resistências mecânicas, seguindo a tendência de desenvolvimento das reações do agente cimentante com o tempo de cura. Percebe-se também, que os ganhos de resistência se associam ao aumento do teor de ligante álcali ativado adicionado, devido a maior incidência da formação do gel alcalino. Da mesma forma, esses ganhos se evidenciam conforme varia-se o peso específico aparente seco como citado anteriormente, que um aumento do mesmo (menor porosidade) proporciona uma maior área de contato entre as partículas do sistema e, conseqüentemente um aumento na parcela de resistência friccional.

Além disso, com uma análise semiquantitativa, pode-se dizer que para maiores teores de CAA, menores são os ganhos de resistência com o tempo de cura ($\approx 19\%$), obtendo ganhos na ordem de 57% para o menor teor de CAA com o decorrer dos dias. Presume-se que uma maior quantidade de CAA, que proporciona uma maior precipitação da formação do gel, desenvolve grande parte da sua resistência nos primeiros dias de cura, quando que esse desenvolvimento da RCS ocorre gradualmente com o passar dos dias, para teores menores de CAA. E finalmente quanto os coeficientes de determinação (R^2) obtidos nas curvas de 7 e 28 dias, na ordem respectivamente de, 91% e 98%, representam ótimos valores e indicam a viabilidade do índice η/B_{iv} para a previsão da resistência à compressão simples.

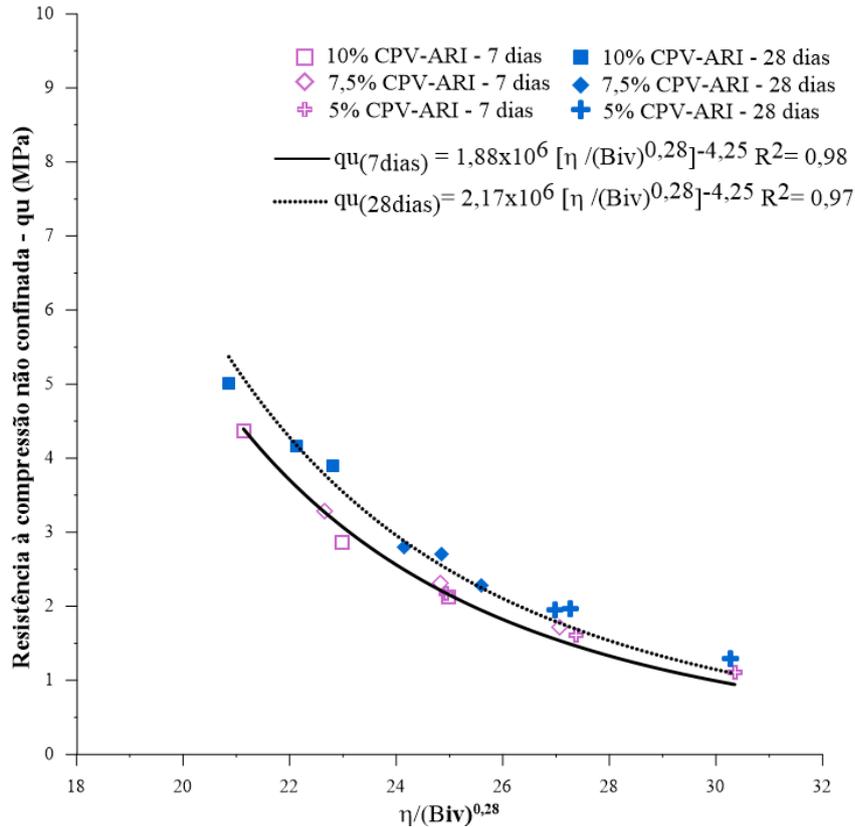


Figura 4.10 – Curva da relação de RCS e η/B_{iv} (CPV-ARI).

Da mesma forma, as misturas com cimento Portland, executadas como pontos de comparativo e controle, apresentam curvas em concordância ao obtido por outros autores em pesquisas com rejeitos de mineração e CPV-ARI (BRUSCHI, 2020; SANTOS, 2021; CONSOLI *et al.* 2022; SERVI, 2022; DARONCO, 2022). Mostrando comportamento equivalente, onde o aumento do valor do índice η/B_{iv} ocasiona menores resistências à compressão simples. Fato que se deve, pelo aumento da porosidade, a qual, diminui a área de contato entre as partículas da mistura, minimizando o intertravamento, em virtude da menor mobilização de atrito. Quanto ao aumento do tempo de cura, proporciona um aumento da RCS, seguindo a mesma tendência de evolução das reações com o tempo. Assim como, as mesmas considerações sobre o ganho de resistência devido ao aumento dos teores de CPV-ARI, e aumento do peso específico aparente seco, são validadas para essas misturas. Analisando os coeficientes de determinação (R^2) de 98% para curva de 7 dias e 97% para 28 dias, percebe-se os elevados valores obtidos, os quais demonstram a grande viabilidade do índice η/B_{iv} para a previsão da resistência à compressão simples destas misturas. A seguir a Figura 4.11 apresenta um comparativo entre misturas de CAA e CPV-ARI, em 7 dias (a) e 28 dias (b).

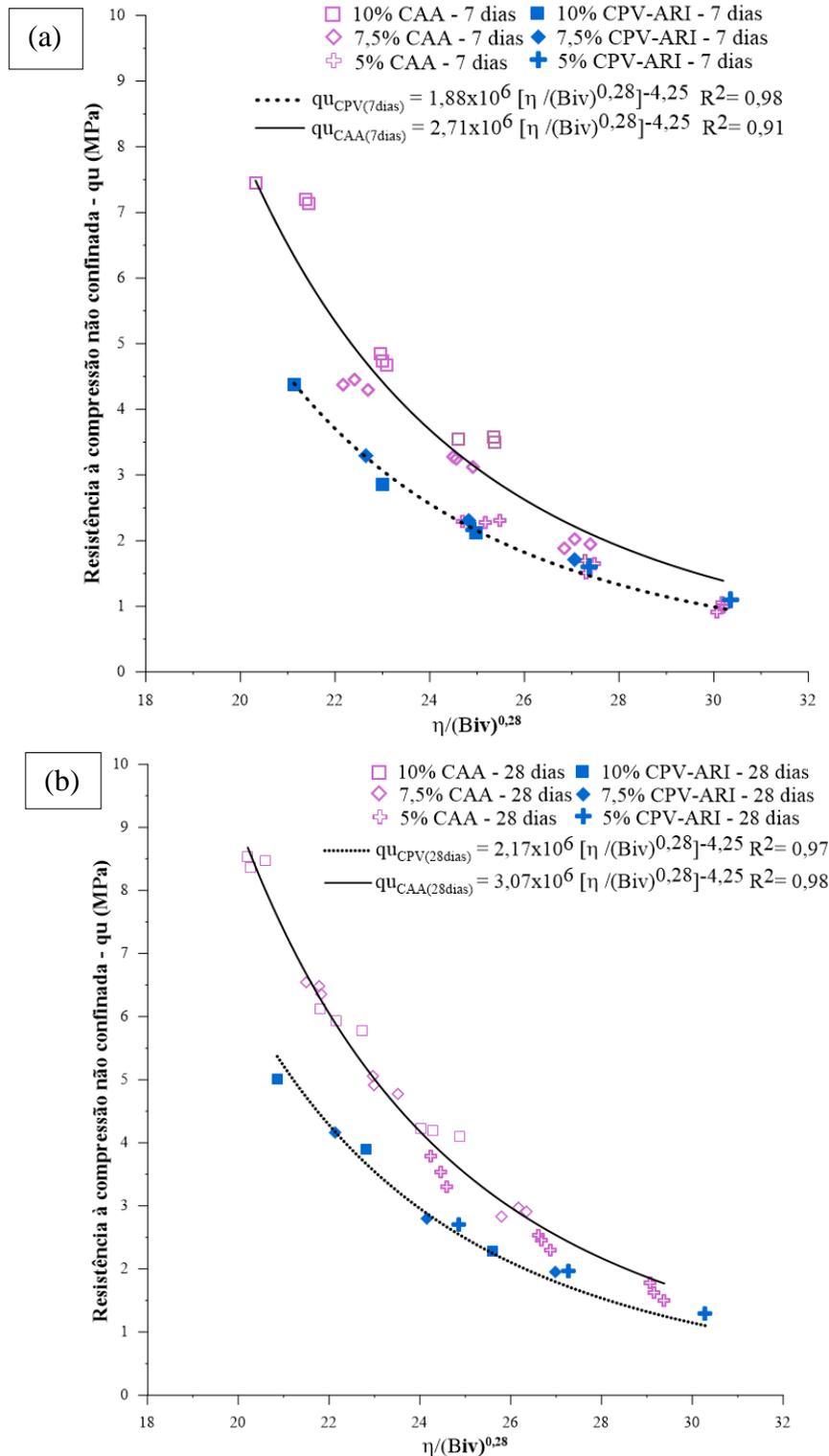


Figura 4.11 – Comparativo da relação de RCS e η/B_{iv} entre as misturas de CAA e CPV-ARI (a) 7 dias de cura (b) 28 dias de cura.

Analisando os coeficientes de determinação (R^2), conclui-se a obtenção de valores elevados, com mais de 90%, que asseguram a viabilidade do índice η/B_{iv} para a previsão da resistência à compressão simples para as duas misturas com aglomerantes. Ressalta-se o coeficiente de 98%

para mistura com adição de CPV-ARI aos 7 dias, sendo, maior em relação as misturas com CAA, que foi 91%. Principalmente pelo fato de o CPV-ARI ser produzido industrialmente com alto controle tecnológico enquanto o CAA é produzido a partir de resíduos industriais. Como também, pelas reações cimentícias neste cimento convencional ocorrer em curto prazo, obtendo nesta pesquisa, ganhos iniciais médios de mais de 80% da resistência final que foi alcançada aos 28 dias. Quando que nas misturas com CAA, esses ganhos iniciais médios, ficam entre 60% e 80% da resistência final que foi alcançada aos 28 dias. Ainda assim, autores como Sargent *et al.* (2013), ressaltam que o desenvolvimento inicial de resistência com uso da escória de alto forno como precursora, é mais rápido quando comparado com outros precursores de aluminossilicatos com baixo teor de cálcio (*e.g.*, cinza volante de carvão – tipo F), devido a maior quantidade de cálcio em sua composição química.

De modo geral, ao comparar as curvas de 7 e 28 dias nota-se que as amostras com CPV-ARI tiveram um aumento menor, cerca de 20%, de sua resistência com o tempo de cura do que as amostras com o CAA. Já para ligante álcali ativado esse ganho foi em média 40%, entre os tempos de curas analisados. Do mesmo modo que, os valores de magnitudes de RCS obtidos para misturas com CPV-ARI, foram menores em comparativo com aglomerante alcalino, destacando o grande potencial do uso deste cimento alcalino para estabilização do rejeito de minério de ferro através das resistências obtidas.

4.3 TRIAXIAL CONSOLIDADO ISOTRÓPICAMENTE DRENADO - CID

Na etapa concludente, são executados os ensaios triaxiais consolidados isotropicamente drenados (CID), com as tensões de confinamento de 50 kPa e 200 kPa. Esses foram realizados nas misturas de rejeito minério de ferro e ligante álcali ativado, com a menor adição (5%), com peso específico aparente seco de 19 kN/m³, umidade ótima de 15% e tempo de cura de 7 dias, conforme apresenta item 3.1, tendo como base para escolha dessas variáveis fixadas, a resistência a compressão simples obtida nos ensaios anteriores. São apresentadas as curvas de tensão-deformação (Figura 4.12) e variação volumétrica (Figura 4.13).

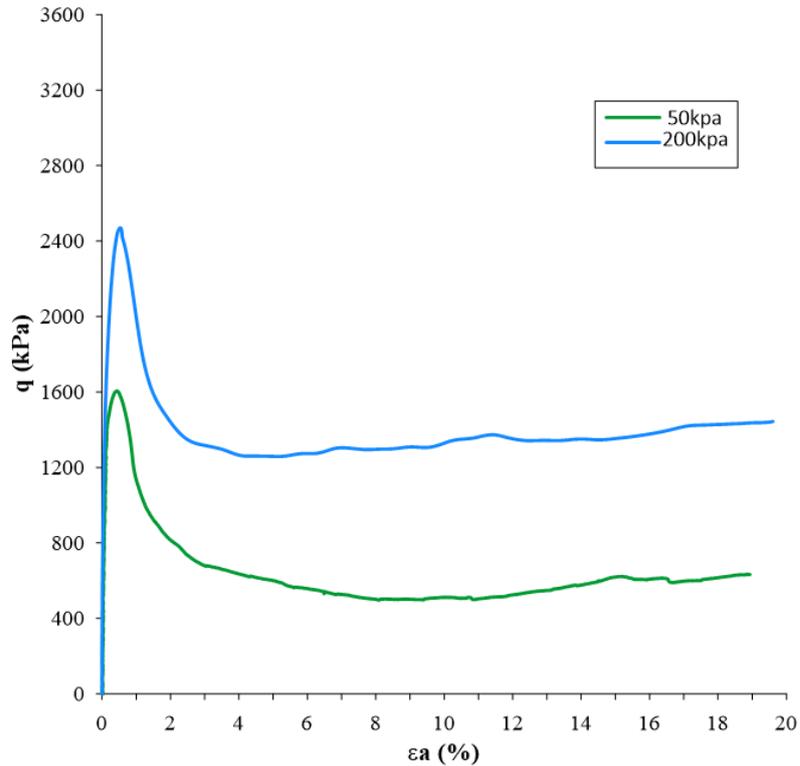


Figura 4.12 – Curvas tensão-deformação axial para ensaios CID

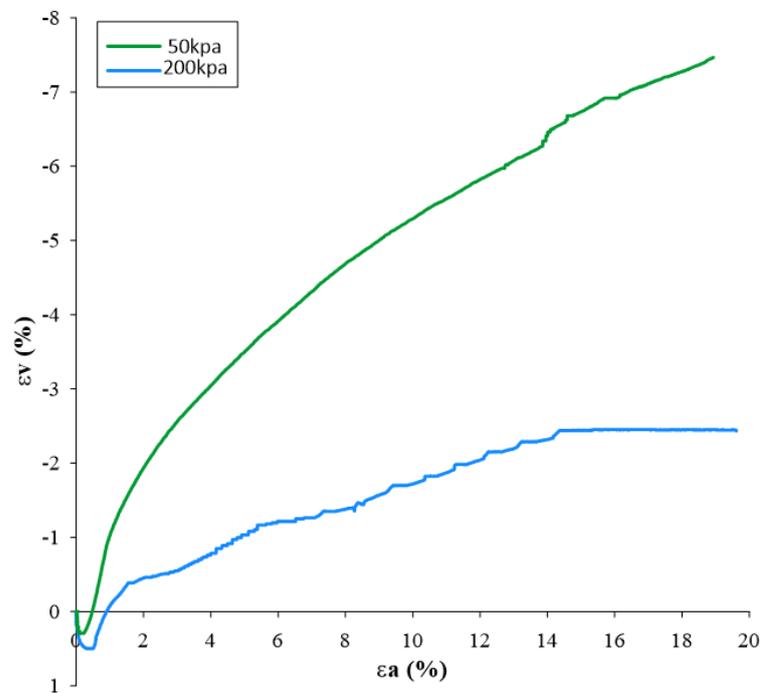


Figura 4.13 – Curvas deformação volumétrica-deformação axial

Analisando a Figura 4.12, percebe-se a presença de pico bem pronunciado, com menos de 1% de deformação axial nas tensões de confinantes de 50 kPa e 200 kPa. Assim como, um ganho de

resistência (q) conforme se aumenta a tensão confinante. Pois maiores tensões aplicadas proporcionam menor índice de vazios iniciais e maior mobilização de atrito entre as partículas. Os resultados encontrados exibiram um comportamento semelhante a outros estudos com uso de rejeito de minério de ferro (cimentado ou não) ou escória de alto forno (precursora em ligante álcali ativado) (PRESOTTI, 2002; SOTOMAYOR, 2018; DUTRA, 2021; SILVA, 2021; DARONCO, 2022). Com curvas de tensão-deformação evidenciando um pico, seguido da perda de resistência até uma certa constância.

Percebe-se que em pequenas deformações (início cisalhamento) as misturas apresentam comportamento rígido de tendência linear, que conforme Schnaid *et al.* (2001), é característico de solos cimentados, onde o material apresenta ponto bem definido da plastificação e a partir dali sofre deformações plásticas até a ruptura. Até esse ponto de plastificação, onde se inicia a quebra de cimentação da mistura, a mesma apresenta um comportamento contrativo ($\Delta\varepsilon_v > 0$), seguido por um comportamento dilatante ($\Delta\varepsilon_v < 0$) até o final do ensaio, conforme apresenta Figura 4.14. Assim como, verifica-se uma tendência maior de dilatação com a diminuição da tensão confinante, como na amostra de 50 kPa, que obteve deformações volumétricas de até cerca de -7,5%. Já na amostra com 200 kPa essa deformação chegou até cerca de -2,5%, podendo observar também, que a máxima deformação dilatante é alcançada após ser atingido o pico de resistência.

Este fato, segundo Cuccovillo & Coop (1999), liga-se ao início da desestruturação da cimentação existente, permitindo que ocorra esse aumento de dilatância até obter valor máximo, conforme a deformação axial do ensaio. Referente as deformações volumétricas contrativas, estas se apresentam em maiores magnitudes com tensões confinantes maiores, onde na tensão de 200kPa alcançou aproximadamente 0,5%, e com 50 kPa o valor foi cerca de 0,3%. Comportamento apontado por Leroueil & Vaughan (1990), onde este aumento de tensões confinantes tende a apresentar comportamentos contrativos mais expressivos.

Como o pico das curvas de tensão-deformação se apresentou em pequenas deformações, a Figura 4.14 mostra novamente as curvas em escala ampliada de deformação axial, com até 5%, (a) tensão-deformação axial e (b) deformação volumétrica-deformação axial, de modo a evidenciar a formação do pico e as deformações existentes.

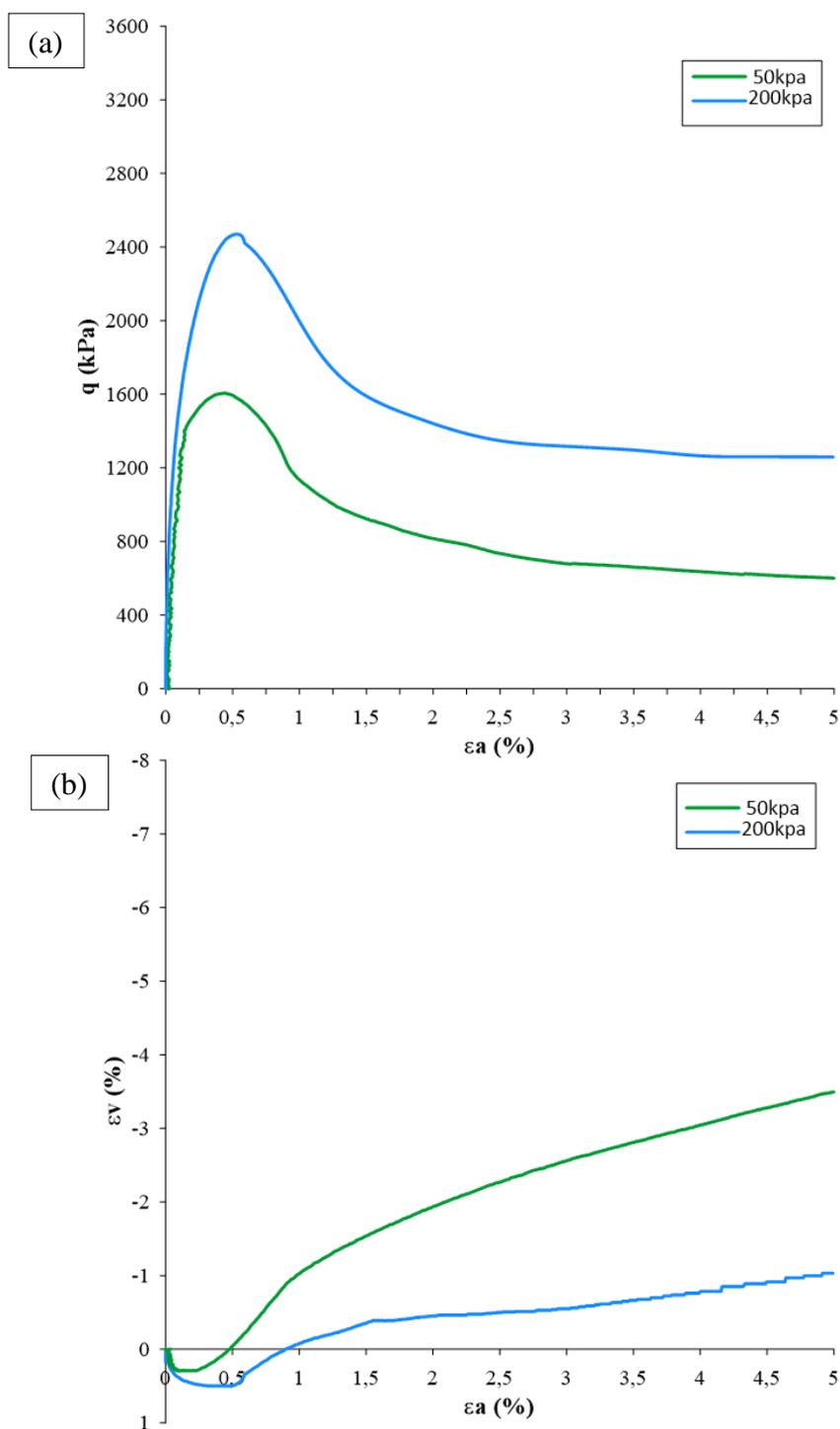


Figura 4.14 – Curvas com escala ampliada de deformação axial (a) $q \times \varepsilon_a$ (b) $\varepsilon_v \times \varepsilon_a$

Conforme explanado anteriormente, maiores tensões de confinamento apresentam maiores tensões desvios máximas, o que se confirma observando o comportamento inicial das duas tensões

ensaiadas. Como também, um comportamento rígido de tendência linear em pequenas deformações (início cisalhamento), que fica evidenciado na figura apresentada.

No geral, o comportamento das misturas ensaiadas se caracteriza pela fragilidade e formação de plano de cisalhamento, o qual, para tensões confinantes de 50 kPa e 200 kPa, o plano de ruptura por cisalhamento foi bem definido, sendo perceptível também, em menor evidência a presença de embarrigamento (Figura 4.15).

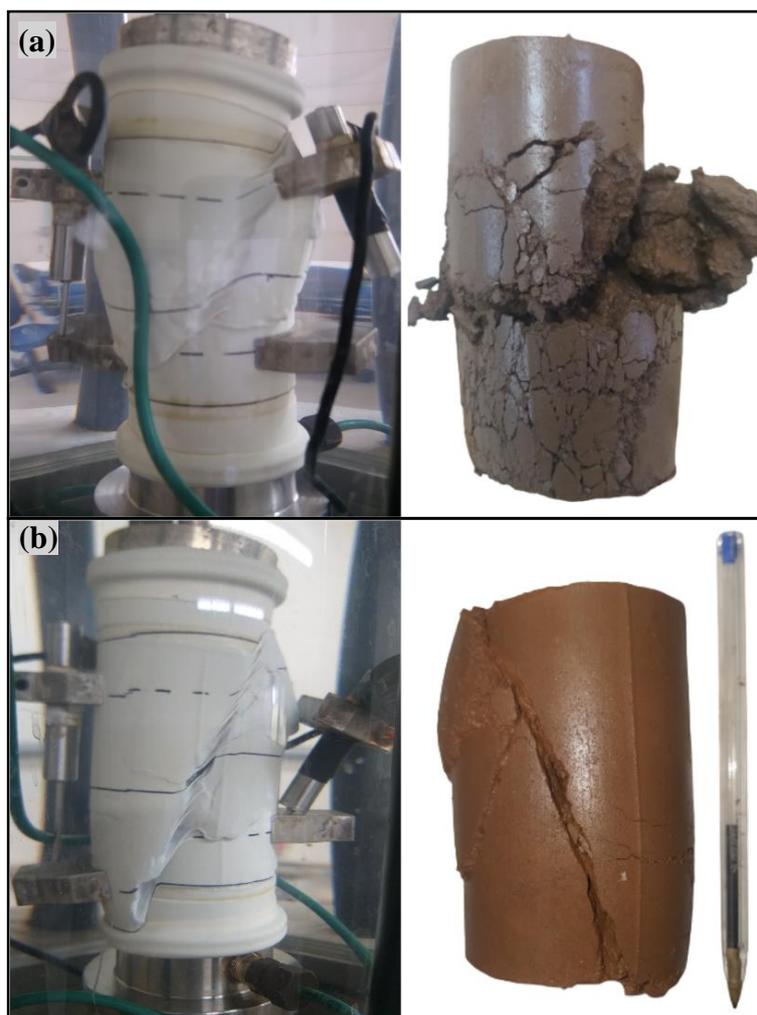


Figura 4.15 – Planos de rupturas após o cisalhamento (a) 50 kPa (b) 200 kPa

4.3.1 Envoltória e parâmetros de resistência

As trajetórias de tensões foram traçadas no plano $p' \times q$. Primeiramente é apresentada a envoltória de pico juntamente com os parâmetros de resistência obtidos para a mistura de rejeito de minério de ferro e ligante álcali ativado (Figura 4.16).

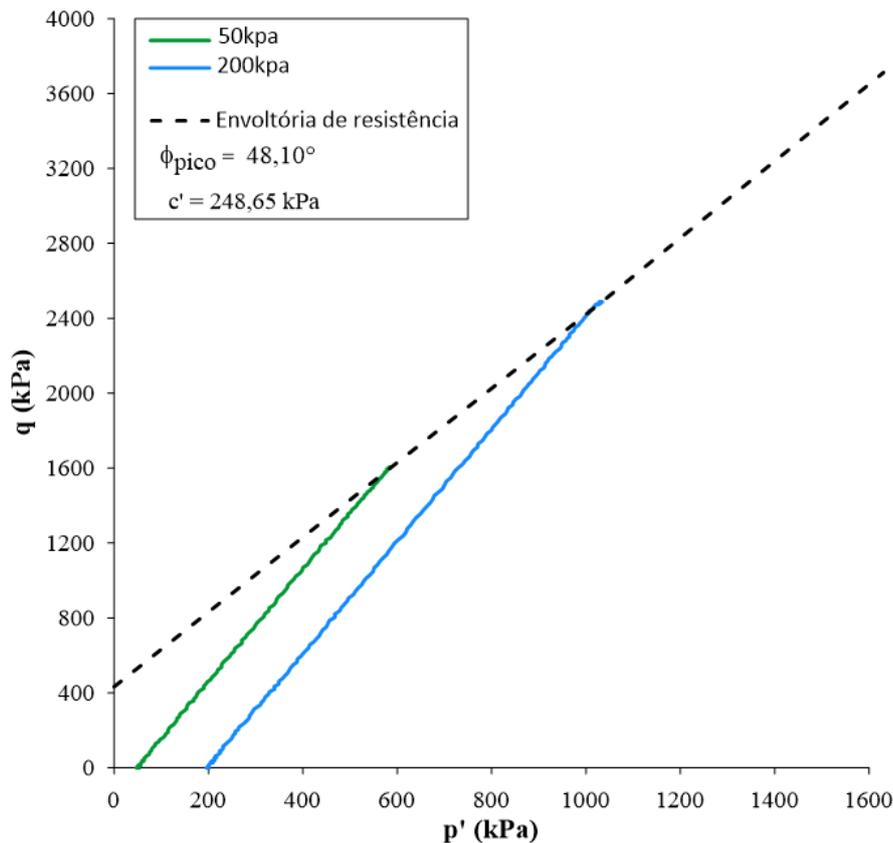


Figura 4.16 – Trajetórias de tensões q x p' e envoltória de resistência de pico

A formação definida de plano de ruptura apresentada na Figura 4.16 para as tensões analisadas, demonstra um comportamento típico de solos cimentados. Conforme Hajiabdolmajid *et al.* (2002), quando a amostra atinge a superfície de plastificação, inicia-se a quebra da cimentação. Neste período, a resistência que era desenvolvida pela parcela coesiva, começa a ser mobilizada também por uma parcela friccional, que ganha mais influência com o aumento da quebra de cimentação. Assim a amostra sofre deformações plásticas crescentes até a ruptura, com maior influência da tensão confinante gerada pelo aumento da parcela friccional, que evidencia a geração de pico na curva tensão-deformação. A partir deste ponto, a resistência começa a diminuir e a parcela coesiva decresce drasticamente até o valor residual, e essa resistência passa a ser controlada predominantemente pela parcela friccional.

Gens & Nova (1993) complementam que nesses solos estruturados submetidos a baixas tensões confinantes, a ruptura e formação do plano de cisalhamento, ocorre quase que simultaneamente com a plastificação. Que corresponde ao observado nos ensaios realizados, onde a fase de cisalhamento que durava cerca de treze horas, já apresentava um plano de ruptura definido em

cerca de duas horas de ensaio, para pequenas deformações axiais. Demonstrando que após alcançar a plastificação e pico, chegando na envoltória de resistência, a ruptura era evidenciada.

Justamente por estes fatos, observa-se parâmetros de ângulo de atrito (ϕ_{pico}) e coesão (c') consideráveis, evidenciando a mobilização pela parcela coesiva friccional para o material em estudo. Referente aos dados obtidos de ϕ_{pico} de $48,10^\circ$ e c' de $248,65$ kPa, se percebe a coerência com valores obtidos com mesmo rejeito, como o obtido por Daronco (2022), com misturas de RMF e CPV-ARI, que obteve um ângulo de atrito de 45° , e intercepto coesivo de 100 kPa. Outros rejeitos de minério de ferro estudados sem cimentação por Presotti (2002), apresentaram valores de ângulos de atrito de pico entre 35° e 43° . Como também, misturas de RMF álcali ativados com metacaulim, silicato e hidróxido de sódio, obtiveram ϕ_{pico} de $45,6^\circ$ e c' de $157,5$ kPa (JASKULSKI, 2022). Por fim, a envoltória última e parâmetros de resistência obtidos são apresentados na Figura 4.17.

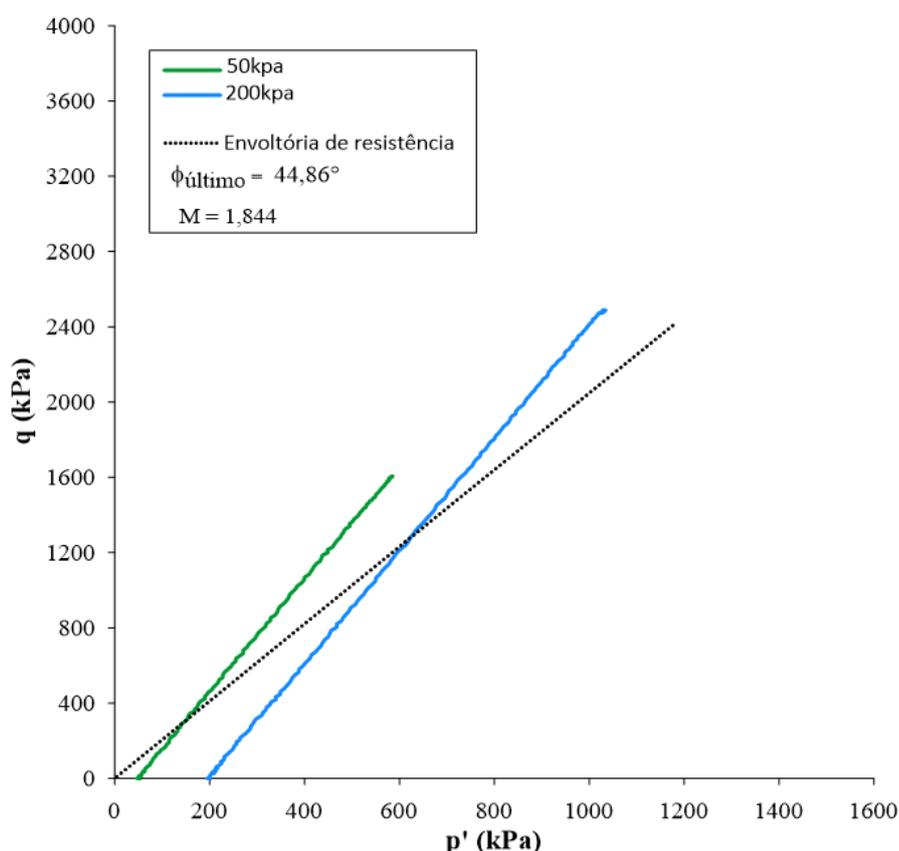


Figura 4.17 – Trajetórias de tensões q x p' e envoltória de resistência de última.

Obteve-se um ângulo de atrito último de $44,9^\circ$, que se mostra coerente com obtidos por Sotomayor (2018), que obteve $41,7^\circ$ para um rejeito de minério de ferro reforçado com fibras de polipropileno. Assim como, o decréscimo no valor do ângulo em seu estado último, foi observado também por Jaskulski (2022), que obteve 42° para misturas de RMF e CAA. E somente para um rejeito sem cimentação, Presotti (2002), alcançou valores entre 33° e 37° , assim como, Dutra (2021), com mesmo rejeito analisado nesta pesquisa, com cerca de 33° , e Sotomayor (2018) obteve aproximadamente 34° . O valor obtido do gradiente de inclinação dessa envoltória (M), que está relacionado com o ângulo de atrito do material, apresenta coerência com demais estudos de rejeitos de minério de ferro. Que obtiveram valores entre 1,28 e 1,74 (Sotomayor, 2018; Dutra, 2021; Jaskulski, 2022), e neste estudo atingiu-se valor de 1,84. O que se mostra congruente pois nesta pesquisa os valores de ângulos de atrito foram maiores que os demais estudos comparados.

4.4 ANÁLISE MICROESTRUTURAL E MINERALÓGICA: ETAPA COMPLEMENTAR

Nesta etapa foram realizados ensaios complementares, a fim de analisar as misturas por meio da microestrutura de suas ligações cimentícias, identificando os produtos da reação e os minerais constituintes das mesmas. Através de ensaios de Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com análise de energia dispersiva (EDS), e ensaios de Difratomia de raios-X (DRX). Estes foram realizados nas misturas de rejeito de minério de ferro e 30% de cimento álcali ativado, moldados com peso específico aparente seco de 19 kN/m^3 , umidade ótima de 15% e tempo de cura de 7 dias. Como comparativo também foram analisadas misturas de rejeito de minério de ferro e 30% de cimento Portland de alta resistência inicial, moldados com mesmas condições citadas para o CAA.

Além disso, as amostras foram submetidas a uma análise quanto a influência da temperatura de cura nas ligações cimentícias. Que após os 7 dias de cura, as amostras foram submetidas a (i) cura térmica, com uma temperatura de 80°C por 48 horas a fim de acelerar as reações cimentícias, e (ii) sem cura térmica, que foram submersas por 48 horas em acetona puramente analítica, com intuito de paralisar as reações cimentícias, e posteriormente secas em estufa por 24 horas numa temperatura de 40°C . Um compilado das amostras ensaiadas e comparativos analisados entre as mesmas, é apresentado na Tabela 4.5.

Tabela 4.4 – Compilado de ensaios na etapa complementar

Ensaio	Amostras	Definição	Comparativos analisados
MEV - EDS	1	CAA Sem Cura térmica	Amostra 1 e 2
	2	CAA Com Cura térmica	
	3	CPV-ARI Sem Cura térmica	Amostra 1 e 3
DRX	4	CAA Sem Cura térmica	Amostra 4 e 5
	5	CAA Com Cura térmica	Amostra 6 e 7
	6	CPV-ARI Sem Cura térmica	Amostra 4 e 6
	7	CPV-ARI Com Cura térmica	Amostra 5 e 7

4.4.1 Ensaios de Microscopia eletrônica de varredura - MEV e análise EDS

A fim de analisar a microestrutura e os produtos de reação gerados com as misturas de rejeito de minério de ferro e cimento alcalino, analisando assim, a influência da cura térmica, são apresentadas as imagens obtidas no ensaio MEV, gerando esse comparativo entre a temperatura de cura. Na Figura 4.18 (a) em ampliações, respectivamente de, 400 vezes, 1000 vezes e 3000 vezes para a amostra 1, que corresponde ao CAA sem cura térmica. Já a Figura 4.18 (b) nas mesmas escalas citadas anteriormente, na mesma ordem, apresenta a amostra 2, que corresponde ao CAA com cura térmica.

Analisando as imagens, é perceptível a geração dos produtos de reação que preenchem os vazios da mistura, formando as ligações cimentícias. Neste caso, corrobora com o esperado conforme a literatura, com a obtenção do gel do tipo C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado) para precursores alcalinos, como a Escória de Alto Forno, que detém de altos teores de cálcio (Richardson e Groves, 1992; Aziz *et al.* 2020; Torres-Carrasco, 2015).

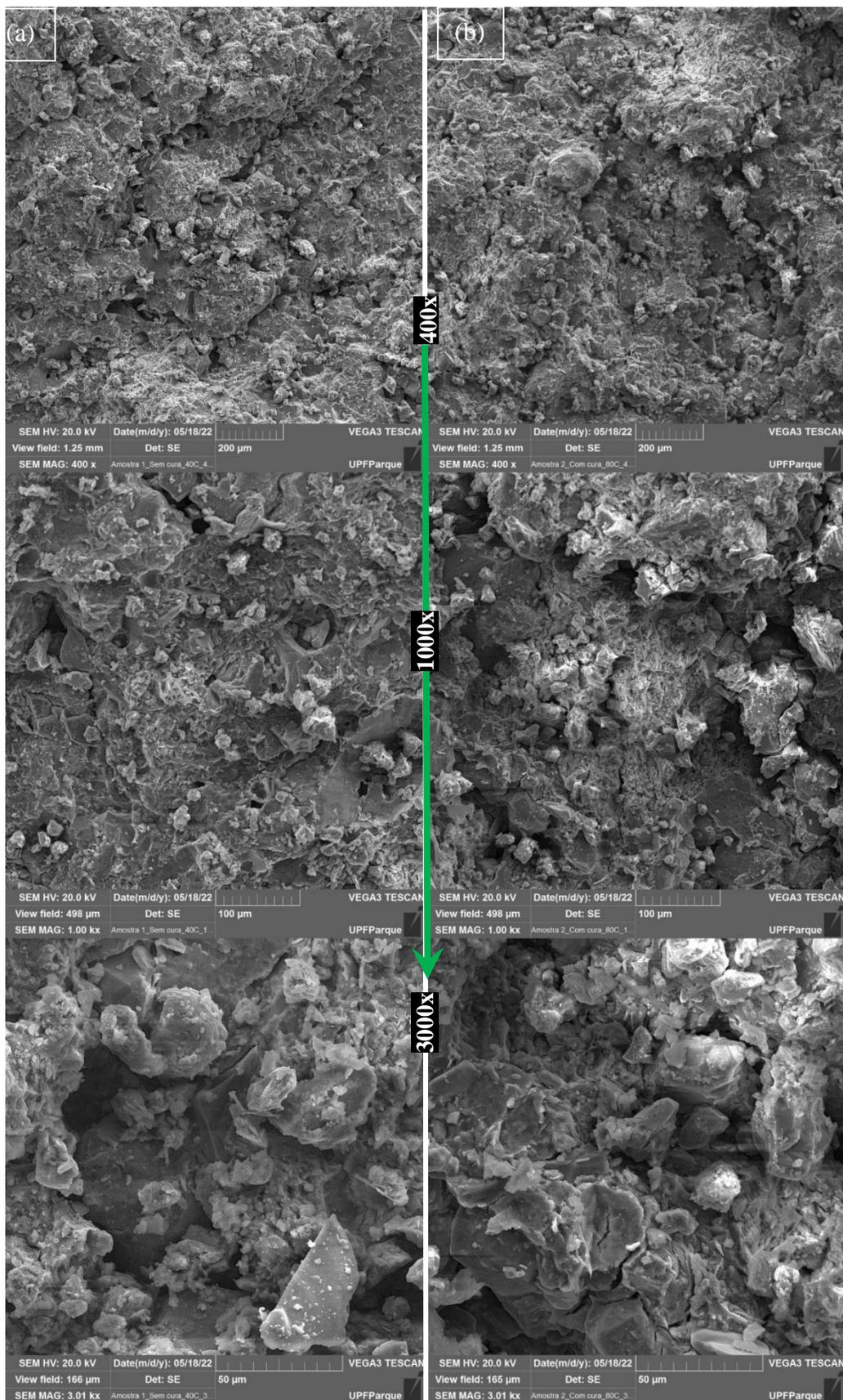


Figura 4.18 – MEV nas misturas de rejeito minério de ferro e CAA (a) sem cura térmica 23°C (b) com cura térmica 80°C.

Quanto a influência do aumento da temperatura de cura adotada, permitiu-se uma melhor evolução das condições morfológicas do gel, facilitando a dissolução dos componentes reativos, sendo visível uma maior incidência de géis na Figura 4.18 (b), observando que a temperatura acelerou a formação das ligações cimentantes com 7 dias de cura. Além disto, percebe-se uma boa distribuição da cimentação, que se evidencia em grande parte dos grãos do material base (RMF), proporcionando preenchimento dos vazios do material e consequentes resistências significativas. Juntamente a isso, o resultado da análise EDS, que foi realizada numa região da amostra onde se percebe essas reações cimentícias, foram obtidos traços significativos de oxigênio, ferro e silício, respectivamente (Figura 4.19). Isso para as duas amostras analisadas, e percebe-se que não há diferenças significativas entre os picos e quantidades desses elementos, nas regiões analisadas. Mas novamente se evidencia através da imagem da região analisada, um maior preenchimento dos vazios (menor porosidade) para as misturas curadas termicamente, já que aceleram as reações cimentantes alcalinas.

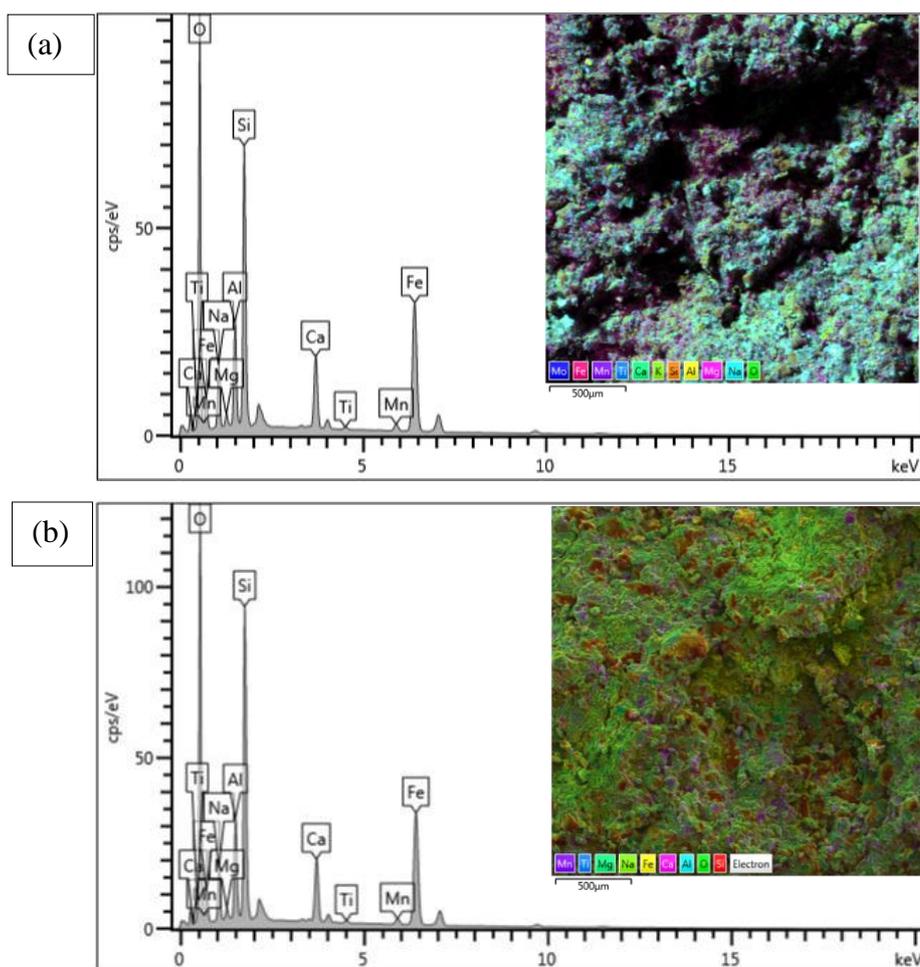


Figura 4.19 – Análise EDS nas misturas de rejeito minério de ferro e CAA (a) sem cura térmica 23°C (b) com cura térmica 80°C.

Com o intuito de gerar um comparativo quanto a microestrutura e os produtos de reação gerados pelos agentes cimentantes nesta pesquisa, analisaram-se as misturas de rejeito de minério de ferro com cimento alcalino (CAA) e misturas de rejeito de minério de ferro com cimento convencional (CPV-ARI). Utilizando neste comparativo as amostras sem cura térmica, com uma temperatura de cura de 23°C, já que, corresponde as condições de cura adotadas nesta pesquisa para as demais etapas realizadas. A Figura 4.20 apresenta as imagens do ensaio MEV.

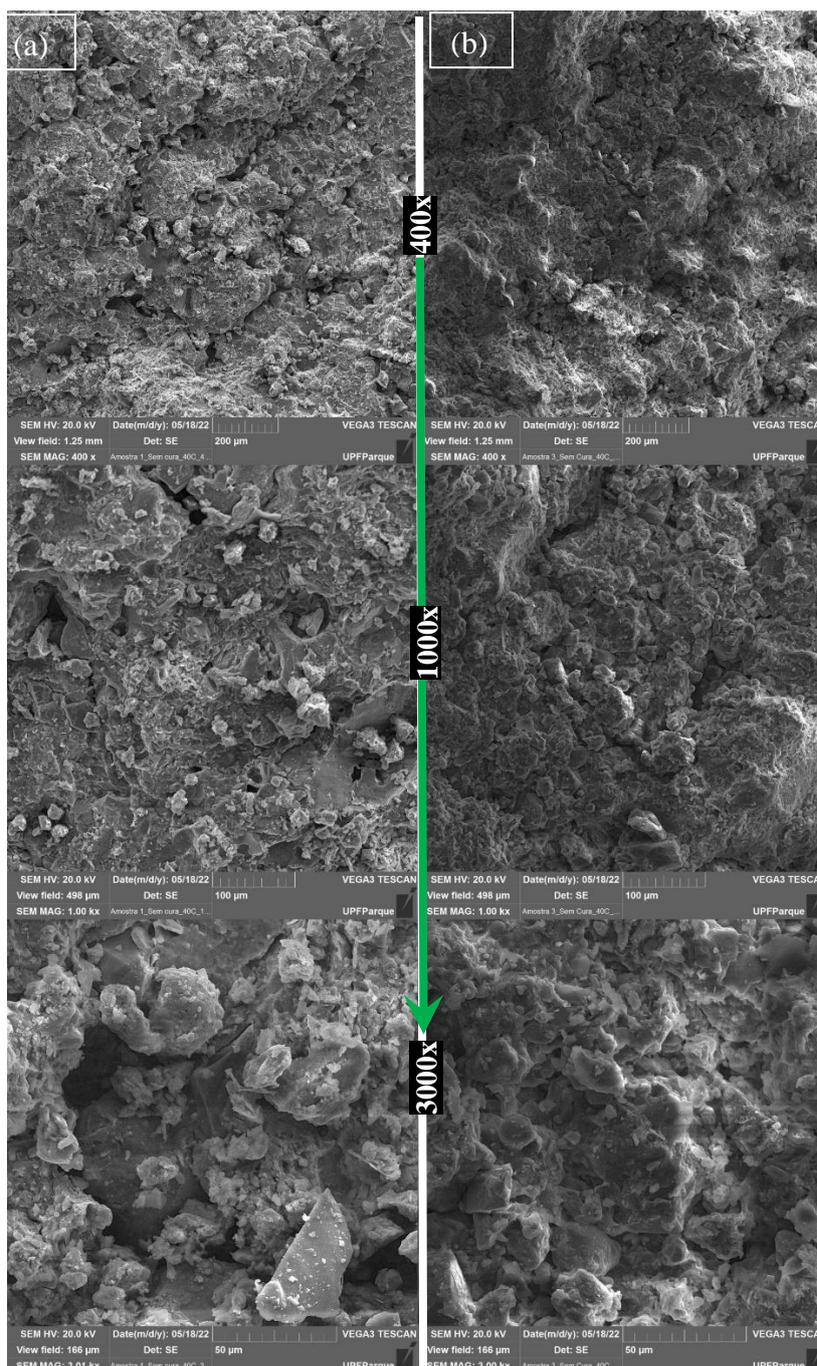


Figura 4.20 – Ensaio MEV nas misturas de RMF e agente cimentante sem cura térmica (a) CAA (b) CPV-ARI.

Analisando este ensaio, observa-se a diferenciação das reações geradas com cada cimentante, validando as conclusões baseadas na literatura. Onde para o cimento alcalino como citado anteriormente, tem-se a formação de géis do tipo C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado), já no cimento Portland convencional ocorre a formação de géis do tipo silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e aluminato de cálcio hidratados (C-A-H). Sendo perceptível também, predominância de áreas mais escurecidas nas imagens do CPV-ARI, que se relaciona, conforme comenta Jaskulski (2022), com a presença de minerais de quartzo, como também, colorações mais claras corresponde a minerais mais pesados como ferro. O que se mostra coerente nesta análise, já que conforme EDS (Figura 4.21), as amostras com CAA apresentam maiores quantidades de ferro, que as amostras de CPV-ARI. Ressalta-se que o EDS é realizado em uma região da amostra, definindo assim as quantidades de minerais neste ponto.

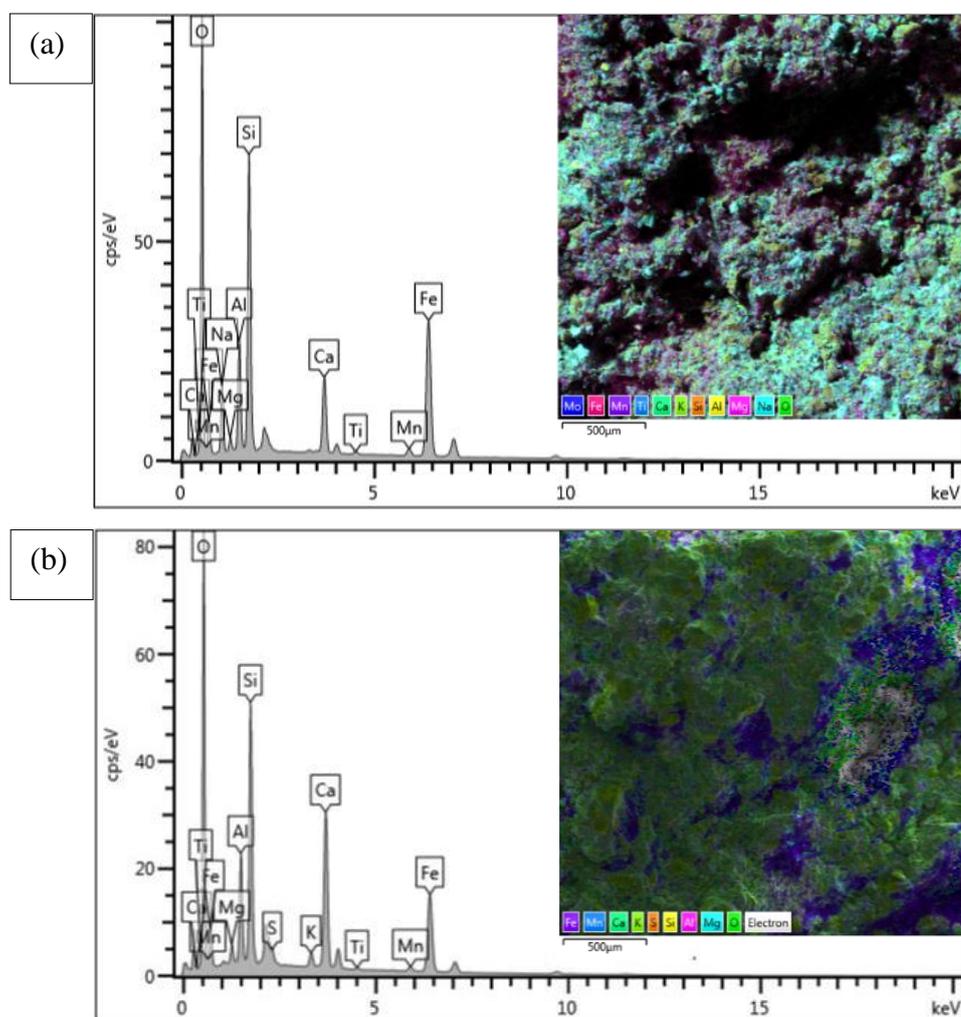


Figura 4.21 – Análise de EDS nas misturas de RMF e agente cimentante sem cura térmica (a) CAA (b) CPV-ARI.

Observando essas regiões do EDS, percebe-se traços significativos, respectivamente, de oxigênio, ferro e silício, para o CAA, assim como percentagens maiores de ferro. No CPV-ARI notam-se traços significativos de oxigênio, ferro e cálcio, nessa ordem, e valores maiores de oxigênio e cálcio nessas amostras. Pode-se concluir que através desta microestrutura comparada, que os produtos de reações não estão totalmente gerados aos 7 dias para as amostras de CAA. O que significa que as mesmas seguem evoluindo e proporcionando assim maiores ganhos de resistência, conforme observado no item 4.2 deste estudo. Nas amostras de cimento convencional percebe-se essa predominância das ligações cimentícias envoltos dos grãos de rejeito, comprovando o que foi obtido, que as reações evoluíram quase que totalmente nesse curto prazo de cura.

4.4.2 Ensaio de Difratomia de raios-X

Complementarmente foi analisada através dos ensaios de Difratomia de raio-X, misturas de rejeito de minério de ferro com cimento alcalino (CAA) e misturas de rejeito de minério de ferro com cimento convencional (CPV-ARI), ambas moldadas com e sem cura térmica. Com objetivo de analisar os minerais obtidos com as misturas, as influências da cura térmica nesses minerais, e por fim um comparativo entre os minerais obtidos com cada agente cimentante. A Figura 4.22 apresenta os resultados dos difratogramas para cada mistura e cura térmica analisada.

Com base no item 3.3, onde explana os minerais constituintes dos materiais base das misturas, pode-se analisar quais mudanças essa junção apresentou nos minerais constituintes. Para as misturas de RMF e CAA, sem cura térmica (Figura 4.22a), os minerais encontrados foram, caulinita, quartzo, hematita e calcita, os quais, são minerais dominantes tanto no rejeito como na escória de alto forno. Para as mesmas misturas, mas agora com cura térmica (Figura 4.22b), percebe-se alguns picos mais pronunciados de minerais, com os mesmos minerais da mistura sem cura térmica, acrescentado do mineral de goethita. Evidenciando a influência da cura térmica no aceleração das reações cimentantes e minerais constituintes, como se apresentado no item 4.3.1.

Para as misturas de RMF e CPV-ARI, considerando os minerais constituintes dos materiais base (*vide* item 3.3), primeiramente sem cura térmica (Figura 4.22c), observa-se a presença de todos os minerais que compõem o rejeito de minério de ferro, somente acrescentado com a presença do mineral calcita. O qual foi incrementado pela adição de cimento Portland nessa mistura, já que, o mesmo é constituído por silicato de cálcio. Nas amostras com CPV-ARI, com cura térmica (Figura 4.22d), o mineral de mica, antes obtido na amostra sem cura, foi “substituído” pela presença da gibbsita, que é um constituinte do rejeito analisado. Assim como, percebe-se que a incidência de picos é maior para misturas sem cura, que pode estar relacionado, ao fato de as misturas já terem

desenvolvido as reações antes mesmo de serem submetidas a cura térmica. Além do fato que as ligações cimentícias neste cimento ocorrem em curtos períodos de cura e quase que totalmente, dessa forma, mesmo com cura térmica não tinham muito a evoluir.

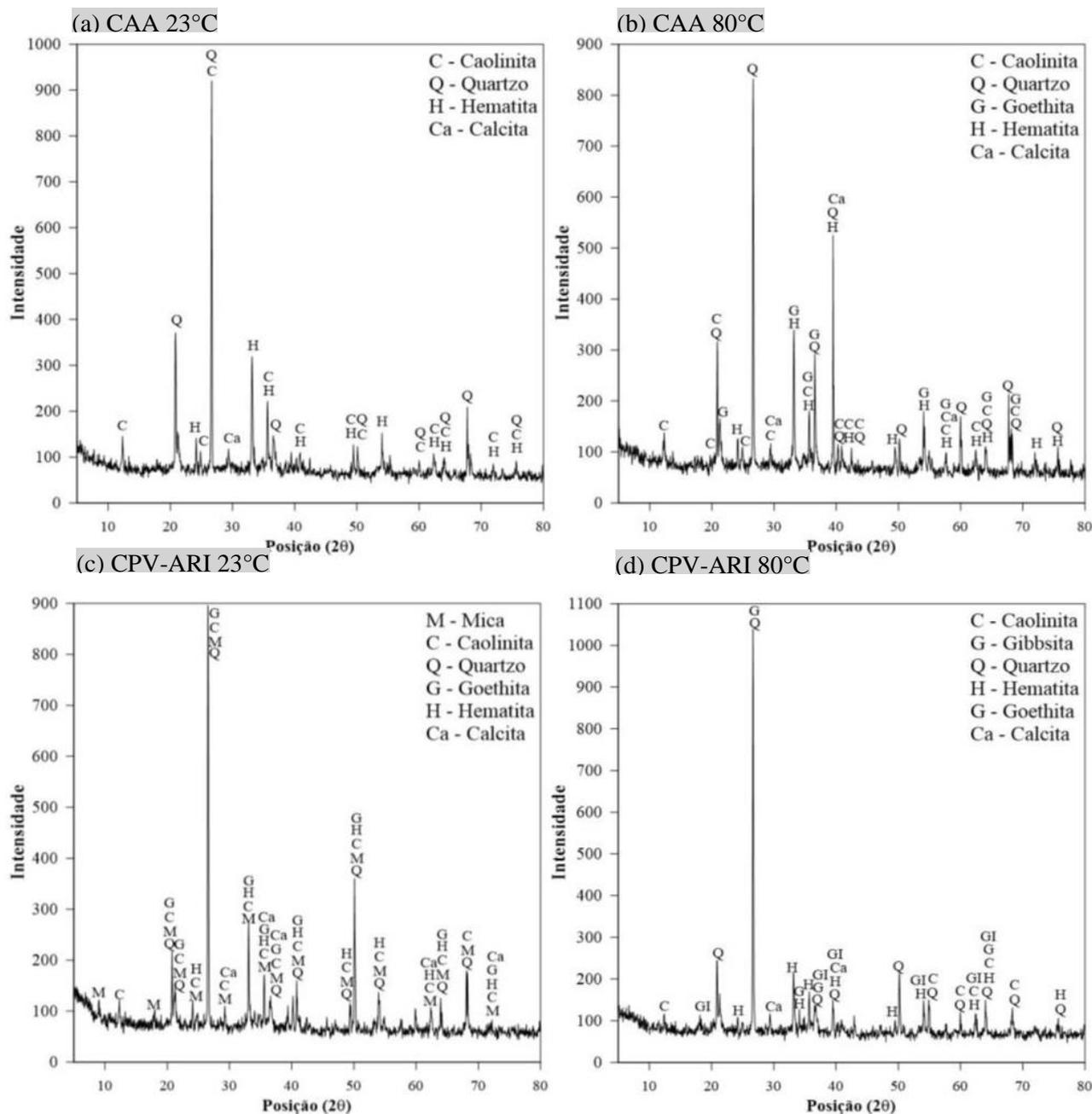


Figura 4.22 - Difratomia de raios-X para misturas de RMF e cimentantes (a) CAA 23°C (b) CAA 80°C (c) CPV-ARI 23°C (d) CPV-ARI 80°C.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesta capítulo são expostas as considerações finais acerca do trabalho desenvolvido. Apresentando as conclusões obtidas com base nos objetivos traçados e sugestões para trabalhos futuros.

5.1 CONCLUSÕES

O estudo realizado teve como objetivo principal analisar o comportamento mecânico, mediante ensaios de compressão simples e ensaio triaxial drenado, de um rejeito de minério de ferro álcali ativado com um precursor comumente utilizado (EAF) e ativadores hidróxido de sódio e silicato de sódio. Complementarmente, como panorama comparativo e de controle, foi analisado o mesmo rejeito com incorporação de CPV-ARI, nas mesmas condições adotadas para cimento alcalino (*i.e.*, EAF + SS + HS). Além disso, o presente trabalho pode contribuir para o estado da arte e preencher lacunas com o uso de rejeito de minério de ferro estabilizado com cimento álcali ativado. Como também, propor a utilização do rejeito juntamente com a escória, materiais produzidos pela mesma empresa fornecedora, sugerindo o possível aproveitamento *in loco*. Considerando principalmente para análises comportamentais direcionadas para área de Geotecnia.

Assim, baseado nos resultados obtidos nos ensaios e nas análises realizadas, as conclusões estabelecidas são apresentadas conforme a etapa definida na metodologia.

- Otimização do Cimento Alcalino:
 - a) Na etapa de otimização do ligante álcali ativado, concluiu-se que a região experimental otimizada corresponde ao intervalo das razões molares de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Si/Al) entre 4,00 e 5,00, e relação $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (Na/Si) entre 0,25 e 0,35, que obtiveram valores de resistência mecânica entre 3,30 e 5,61 MPa aos 7 dias de cura;
 - b) Com esta região experimental, e através da Metodologia da superfície de resposta (MSR) e análise de variância (ANOVA), as relações ideais para dosagem do ligante álcali ativado, que maximizaram a resposta mecânica de resistência à compressão simples. Estas relações correspondem a Si/Al de 4,616 e Na/Si de 0,307, com uma função de deseabilidade (*d*) de 74%, evidenciando ser um resultado favorável para essa otimização, por estar próximo de 100%. Além disso, o *software* estatístico com as relações ideias prevê o valor de resistência mecânica, que foi de 5,0 MPa para as condições analisadas. Valor que se considerou muito significativo e almejado para 7 dias de cura;

- c) A partir da análise ANOVA, utilizada nesta otimização, foi possível afirmar que o modelo de superfície de resposta proposto fornece uma aproximação satisfatória dos valores. Obtendo coeficientes de determinação superiores a 70%, sendo eles, R^2 de 78,1%, R^2_{aj} de 74,2% e R^2_{pred} de 71,4%, os quais, permitiram concluir que o modelo proposto explica de maneira satisfatória a variabilidade das respostas. Por fim, concluiu-se que a otimização realmente foi satisfatória, já que, verificando a linha de normalidade os pontos analisados seguem uma linearidade neste diagrama de resíduos;
- Etapa seletiva: Comportamento Mecânico das Misturas Analisadas:
- d) Através da realização de ensaios de resistência à compressão simples, com misturas de RMF e CAA, e também de RMF e CPV-ARI é possível afirmar que a reta de ajuste linear utilizada foi suficiente para o delineamento do comportamento da resistência à compressão simples diante da variação do teor de agente aglomerante. Já que, nas duas misturas os coeficientes de determinação obtidos nas retas, ficaram no intervalo entre 0,93 e 0,99, se mostrando muito satisfatórios com valores acima de 0,90, que conforme literatura demonstram o grande potencial de uso da equação;
- e) Quanto ao ganho de resistência à compressão simples, este se mostrou proporcional com o aumento do teor de agente aglomerante, do tempo de cura e do peso específico aparente seco. O que era almejado, já que, o incremento dos cimentos proporcionou a formação de ligantes, que no CAA desta pesquisa corresponde ao gel do tipo C-A-S-H (silicoaluminato cálcico hidratado), e para o CPV-ARI a formação dos géis do tipo C-S-H (silicato de cálcio hidratado) e C-A-H (aluminato de cálcio hidratados). Logo, quanto maiores os teores adicionados, maiores foram as resistências obtidas. Realizando um comparativo, concluiu-se que a taxa de crescimento de RCS para as misturas de RMF e CAA foram mais expressivas que com RMF e CPV-ARI, evidenciando a evolução da resistência mais significativa com o CAA. Esse mesmo ganho de RCS se verificou analisando a variação do peso específico nas duas misturas, que quanto maior esse peso (menor porosidade), maior é o contato entre as partículas constituintes, promovendo assim maior efetividade da cimentação;
- f) Da mesma forma, o aumento da resistência mecânica se mostrou evolutiva quanto ao tempo de cura, apresentando maior efetividade das reações químicas potencializando a influência dos teores de agente aglomerante. Ainda assim, percebeu-se que os ganhos de RCS não se mostraram muito expressivos quando comparados os tempos de cura, principalmente pelo uso de aglomerantes que proporcionam ganhos de resistências a curto prazo. Ressaltando

ainda que misturas com CPV-ARI os ganhos de RCS são obtidos quase que completamente aos 7 dias de cura, se diferenciando do CAA, que com decorrer dos dias de cura, obteve ganhos mais expressivos;

- g) No geral, analisando um comparativo quanto a RCS obtida nas duas misturas de rejeito e agentes aglomerantes, concluiu-se que o CAA proporcionou maiores resistências mecânicas (entre 0,98 MPa a 8,45 MPa) que o CPV-ARI (entre 1,1 MPa e 5,01 MPa), tanto em 7 dias como 28 dias de cura. Destacando que os ganhos mais expressivos de RCS diante do tempo de cura, foi para as misturas de CAA, principalmente pelo fato que com CPV-ARI os ganhos ocorrem quase completamente em 7 dias de cura, não tendo muito a evoluir com o tempo. Já as amostras de CAA, considerando especialmente o uso de dois ativadores alcalinos, os ganhos de RCS tendem a evoluir com o decorrer da cura. Salienta-se ainda que, para menores teores de cimentos adicionados, mais próximas foram as resistências obtidas com as misturas, evidenciando que maiores porcentagens proporcionam maior efetividade da evolução da RCS para misturas de CAA;
- Correlações com η/B_{iv} :
- h) Nas duas misturas analisadas, ocorreu um aumento no valor do índice η/B_{iv} , o qual gerou uma diminuição na resistência à compressão simples, apresentando um comportamento inversamente proporcional. Este se explica pela diminuição do intertravamento entre as partículas, causado pelo aumento da porosidade, e conseqüente, redução da mobilização de atrito entre as partículas e uma menor precipitação de compostos cimentícios;
- i) Além disso, com uma análise semiquantitativa do comportamento mecânico com tempo de cura, foi possível perceber ganhos menores de resistência, cerca de 19%, considerando a maior quantidade de CAA. Assim como ganhos maiores de resistência, na ordem de 57%, para menores teores de CAA. Concluiu-se que maiores porcentagens de CAA, proporcionaram uma maior precipitação da formação do gel, que desenvolveu grande parte da sua resistência nos primeiros dias de cura. Já em menores teores de ligante, a precipitação é menor e ocorre gradualmente com a cura, desenvolvendo sua RCS com o passar dos dias. Já para misturas com CPV-ARI, esses ganhos de resistência foram em média 20% com o tempo de cura, pois foram similares em todos os teores de cimento, visto que, o desenvolvimento da cimentação nesse aglomerante ocorre em curtos períodos de cura quase que completamente. Ou seja, com CPV-ARI a cimentação ocorreu por igual independente do teor adicionado;

- j) Quanto aos coeficientes de determinação (R^2) obtidos nas curvas de 7 e 28 dias do CAA, respectivamente de 91% e 99%, e para CPV-ARI, os valores para 7 e 28 dias, nessa ordem, com 98% e 97%, evidenciando ótimos valores e indicando a viabilidade do índice η/B_{iv} para a previsão da resistência à compressão simples neste estudo;
- k) Por fim analisando um comparativo entre as curvas η/B_{iv} dos agentes aglomerantes analisados, percebeu-se ganhos iniciais médios, aos 7 dias, de mais de 80% da resistência final alcançada aos 28 dias, para o CPV-ARI. Para o CAA, esses ganhos iniciais médio ficaram entre 60% e 80% da resistência final que foi alcançada aos 28 dias. Ainda assim, os ganhos de resistência inicial foram expressivos em curtos períodos de cura para os dois cimentos analisados, seguindo com o desenvolvimento da RCS aos 28 dias mais significativos nas misturas com CAA. No geral, concluiu-se que com CAA a cimentação foi mais efetiva por alcançar maiores valores de resistência à compressão simples, os quais ficam bem evidentes nas curvas η/B_{iv} com 28 dias de cura. Visto que, com porcentagens menores de cimentante em 7 dias, os valores de resistência das duas misturas analisadas se aproximam;
- Etapa concludente: Triaxial Consolidado Isotropicamente Drenado (CID)
- l) Para as tensões confinantes de 50 kPa e 200 kPa, a partir das curvas de tensão-deformação de misturas de RMF e CAA, percebeu-se a presença de pico bem pronunciado, com menos de 1% de deformação axial. Após alcançar esse pico, a quebra de cimentação que vem ocorrendo desde o início do cisalhamento, se evidenciou com formação do plano de ruptura, e em seguida ocorreu uma perda de resistência até uma certa constância. Ressaltando que o aumento da tensão confinante ensaiada ocasionou também aumento da resistência (q);
- m) Foi perceptível nas pequenas deformações (início do cisalhamento) um comportamento rígido de tendência linear, característico de solos cimentados, onde o material apresenta ponto bem definido da plastificação, e a partir dali sofre deformações plásticas até a ruptura. Até esse ponto de plastificação as misturas apresentaram um comportamento contrativo ($\Delta\varepsilon_v > 0$), seguido por um comportamento dilatante ($\Delta\varepsilon_v < 0$) até o final do ensaio. Verificando ainda uma tendência maior de dilatação com a diminuição da tensão confinante. Como na amostra de 50 kPa, que obteve deformações volumétricas dilatantes de até cerca de 7,5%. Já na amostra com 200 kPa essa deformação dilatante chegou até cerca de 2,5%. Para as deformações volumétricas contrativas, estas se apresentaram em

maiores magnitudes com tensões confinantes maiores, onde na tensão de 200 kPa alcançou aproximadamente 0,5%, e com 50 kPa o valor foi cerca de 0,3%;

- n) No geral, o comportamento das misturas para tensões confinantes de 50 kPa e 200 kPa, se caracterizou pela fragilidade e formação de plano de ruptura por cisalhamento bem definido, sendo perceptível também, em menor evidência a presença de embarrigamento;
- o) Quanto as trajetórias de tensões traçadas no plano $p' \times q$, verificou-se a natureza coesiva friccional desse material através da presença do ângulo de pico (ϕ_{pico}) de $48,1^\circ$ e de uma coesão efetiva (c') de 248,7 kPa. Da mesma forma, traçando a envoltória de resistência última, obteve-se ângulo de pico ($\phi_{\text{último}}$) de $44,9^\circ$ e um gradiente de inclinação dessa envoltória (M), que está relacionado com o ângulo de atrito do material, de 1,84, apresentando coerência dos valores encontrados por diversos autores da literatura;
 - Etapa complementar: Análise Microestrutural e Mineralógica
- p) Analisando a influência da cura térmica nas misturas de RMF e CAA, para os ensaios MEV, percebeu-se que a amostra curada em 80°C permitiu uma melhor evolução das condições morfológicas do gel, facilitando a dissolução dos componentes reativos, ficando visível uma maior incidência de géis, demonstrando que acelerou a formação das ligações cimentantes com 7 dias de cura, comparada com amostra curada em temperatura ambiente (23°C);
- q) Quanto ao resultado da análise EDS dessas misturas de CAA, com e sem cura, percebeu-se que não há diferenças significativas entre os picos e quantidades desses elementos, obtendo respectivamente, traços significativos de oxigênio, ferro e silício. Mas quanto as imagens analisadas, evidenciou-se na amostra com cura térmica, um maior preenchimento dos vazios (menor porosidade), já que aceleram as reações cimentantes alcalinas;
- r) No comparativo quanto a microestrutura (MEV) para as misturas de RMF e CAA, e RMF e CPV-ARI, para as amostras sem cura térmica, adotando as mesmas condições de cura usadas em outras etapas, com uma temperatura de cura de 23°C , concluiu-se que a principal diferença se apresenta na formação dos géis, validando as conclusões baseadas na literatura, onde para o CAA obteve-se a formação de gel do tipo C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado), já no cimento Portland convencional ocorreu a formação de géis do tipo silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e aluminato de cálcio hidratados (C-A-H), géis que são característicos de materiais com altos teores de cálcio em sua composição;
- s) Na análise de EDS, percebeu-se traços significativos, respectivamente, de oxigênio, ferro e silício, para o CAA, e para CPV-ARI, traços significativos, em ordem, de oxigênio, ferro

e cálcio. Apresentando ainda traços mais significativos de oxigênio e cálcio para cimento Portland. Podendo concluir que os produtos de reações das amostras CAA não evoluíram totalmente em 7 dias, como foi evidenciado nos comparativos do item 4.4, desenvolvendo por completo gradativamente com o tempo de cura. Já com CPV-ARI, as reações se desenvolveram quase que 100% da sua resistência com 7 dias de cura, e por este fato as imagens de MEV em comparativo, demonstraram maiores incidências de ligações;

- t) Conforme os ensaios de Difractometria de raios-X, nas misturas com CAA e CPV-ARI, com e sem cura térmica, foi possível verificar a presença dos minerais de caulinita, quartzo, hematita e calcita, nas duas amostras de CAA (com e sem cura). Além destes, no CAA com a cura térmica encontrou-se a goethita e picos mais pronunciados de minerais, evidenciando a evolução da cimentação com a temperatura. Por outro lado, em misturas com CPV-ARI, sem cura, foi observada a presença de mica, caulinita, quartzo, goethita, hematita e calcita, sendo que com cura, somente se alterou a presença da mica pela gibsitita. Diferente do CAA, a incidência de picos foi maior para misturas sem cura, que pode estar relacionado ao fato de as misturas já terem desenvolvido as reações antes mesmo de serem submetidas a cura térmica. Em comparativos entre os cimentos utilizados, observou-se a presença de muitos minerais iguais, se diferenciando alguns pelas reações geradas entre o agente aglomerante e rejeito de minério de ferro.
- u) Em síntese de todo estudo, concluiu-se a efetividade do uso do cimento álcali ativado para estabilização do rejeito de minério de ferro, apresentando comportamento mecânico muito satisfatório e se mostrando muito competitivo com o cimento Portland.

5.2 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Com propósito de colaborar com o conhecimento sobre o rejeito de minério de ferro *in natura* e estabilizado com agentes aglomerantes usando cimentos álcali ativados, a autora desta dissertação sugere os seguintes tópicos para desenvolvimento de pesquisas futuras:

- a) Avaliar a resistência à tração, durabilidade e outras tensões de confinamento em ensaios triaxiais drenados de rejeito de minério de ferro estabilizado com o mesmo cimento alcalino (escória de alto forno, silicato e hidróxido de sódio);
- b) Aplicar a análise de ciclo de vida (ACV) para o cimento álcali-ativado desenvolvido na presente pesquisa, verificando aspectos econômicos, sociais e ambientais;

- c) Análise do comportamento tensão-deformação do rejeito de minério de ferro *in natura* e com o cimento álcali-ativado desenvolvido na presente pesquisa, sob aplicação de altas tensões de confinamento;
- d) Aplicação de ensaios triaxiais não-drenados e/ou cíclicos no rejeito de minério de ferro *in natura* e com o cimento álcali-ativado desenvolvido na presente pesquisa, para mesmas tensões confinantes, gerando um comparativo;
- e) Comparação dos mesmos ensaios desenvolvidos nesta pesquisa, para rejeito de minério de ferro estabilizado com outros ligantes alcalinos;
- f) Realização de análises do tempo de cura prolongado e influência da umidade nas mesmas misturas analisadas, de rejeito de minério de ferro com o cimento álcali-ativado, diante a ensaios de resistência à compressão simples, a tração e durabilidade;
- g) Verificação da classificação ambiental do rejeito de minério de ferro *in natura* e estabilizado com mesmo cimento alcalino desenvolvido na presente pesquisa, com a finalidade de observar a presença de metais pesados e o efeito de encapsulamento por cimentação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 6502 – ROCHAS E SOLOS**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], RIO DE JANEIRO. PG. 18. 1995.

ABNT. **NBR 6457: Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2016a.

ABNT. **NBR 6458: Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm – Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água**. Rio de Janeiro: 2017a.

ABNT. **NBR 6459: Solo - Determinação do limite de liquidez**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2017b.

ABNT. **NBR 7180: Solo - Determinação do limite de plasticidade**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2016b.

ABNT. **NBR 7181: Solo - Análise granulométrica**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2018a.

ABNT. **NBR 7182: Solo - Ensaio de compactação**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2020.

ABNT. **NBR 12025: Solo-cimento — Ensaio de compressão simples de corpos de prova cilíndricos — Método de ensaio**. Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). 2012.

ABNT **NBR 13028: Mineração - Elaboração e apresentação de projeto de barragens para disposição de rejeitos, contenção de sedimentos e reservação de água – Requisitos**. Associação Brasileira de Normas Técnicas, [s. l.], 2006.

ABNT. **NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos**. Associação Brasileira de Normas Técnicas. 2018.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). **Anuário mineral brasileiro: Principais substâncias metálicas** / Agência Nacional De Mineração; Coordenação Técnica De Marina Dalla Costa. – Brasília/ Brasil: ANM, 2020. 30 P.; II.

ALAM, S.; DAS, S. K.; RAO, B. H. **Strength and durability characteristic of alkali activated GGBS stabilized red mud as geomaterial**. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 211, p. 932 942, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.261>>

ALBUQUERQUE FILHO, L. H. **Avaliação do comportamento geotécnico de barragens de rejeito de minério de ferro através de ensaios de piezocone**. Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de engenharia civil. Programa de Pós-Graduação em engenharia civil. 194 p. 2004.

ALMEIDA, G. C. P. **Caracterização física e classificação dos solos**. Universidade federal de Juiz de Fora. Faculdade de engenharia, Departamento de Transportes. Mecânica dos Solos I. 2005.

ALMEIDA, G. M. de. **Utilização De escória produzida em alto-forno a carvão vegetal como agregado graúdo e miúdo para concreto**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Pará. Instituto De Tecnologia Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil. Belém-PA. 2014.

ALMEIDA, V. O. de. **Produção de cloreto férrico a partir de rejeito de minério de ferro: um estudo de caracterização e aplicabilidade**. Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2019. 116 F.

ALVENTOSA, K. M. L.; WHITE, C. E.; **The effects of calcium hydroxide and activator chemistry on alkali-activated metakaolin pastes**. Cement And Concrete Research, Volume 145, 2021, 106453, ISSN 0008 8846. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2021.106453>.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL. **D7181-20 – Standard test method for consolidated drained triaxial compression test for soils**, American Society for Testing and Materials, 2020.

ANDRADE, L. C. R. de. **Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil**. 2014.XIII, 96F.: il. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Viçosa. Viçosa/MG.

ARAÚJO JÚNIOR, N. T. de. **Concreto de alta resistência produzido com escória álcali-ativada**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 105 f. 2019.

ARAÚJO, W. **Descaracterização e descomissionamento de barragens de rejeito**. Instituto Minere, 2020. Disponível em: <<https://institutominere.com.br/blog/descaracterizacao-e-descomissionamento-de-barragens-de-rejeitos-uma-tendencia-ou-realidade>>. Acesso em: 14, junho e 2021.

ARCELORMITTAL TUBARÃO. **Escória de alto-forno**. 2019. Disponível em: <http://tubarao.arcelormittal.com/produtos/co_produtos/catalogo_produtos/escoria_forno/introducao.asp>. Acesso em: 18 junho de 2021.

ARISTIMUNHO, P. B., BERTOCINI, S. R., 2012. **Application of iron ore mud in powder form in Portland cement presence**. REVISTA IBRACON DE ESTRUTURAS E MATERIAIS, 5(2), PP. 153-165.

AZIZ, A.; STOCKER, O.; EL AMRANI EL HASSANI, I.; LABORIER, A. P.; JACOTOT, E.; EL KHADIRI, A.; EL BOUARI, A.. **Effect of blast-furnace slag on physicochemical properties of pozzolan-based geopolymers**. Materials Chemistry and Physics. Vol. 258, (2021), 123880, 0254-0584 <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123880>

BASTOS, L.A. de C.; SILVA, G.C.; MENDES, J. C.; PEIXOTO, R.A.F. **Using iron ore tailings from tailing dams as road material**; Journal of Materials in Civil Engineering. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001613. American Society of Civil Engineers. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0001613](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001613). 2016.

BENTO, G. R. **Fechamento de barragens de contenção de rejeitos de mineração**. Dissertação (mestrado profissional). Universidade federal de Ouro Preto. Ouro Preto 128 f. 2017.

BERGADO, D.T; ANDERSON, L.R; MIURA, N; BALASUBRAMANIAM, A. **Soft ground improvement in lowland and other environments**-ASCE Publications (1996). New York, United States: American Society Of Civil Engineers, 1996. Disponível em:< <https://pt.scribd.com/document/367124262/D-T-Bergado-Soft-ground-improvement-in-lowland-and-other-environments-ASCE-Publications-1996-pdf>>

BEZERRA, C. G. **Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento**. 140p. Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2017.

BEZERRA, A. C. S.; FRANÇA, S.; MAGALHÃES, L. F.; CARVALHO, M. C. R. **Alkaline activation of high-calcium ash and iron ore tailings and their recycling potential in building materials**. Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 19, n. 3, p. 99-112, jul./set. 2019. ISSN 1678-8621 Associação Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído. <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212019000300327>

BISHOP, A. W., WESLEY, L. D. **A Hydraulic triaxial apparatus for controlled stress path testing**, Géotechnique, [S. 1.], London, V. 25, N.4, P.675-970, 1975.

BITTAR MARÍN, E.J. **Estudo de campo e laboratório do comportamento mecânico de um solo sulfatado estabilizado com cal**. 2017. Dissertação (Mestrado Em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

BORGES, A. A. (2008). **Caracterização da parcela magnética de minério fosfático de carbonatito**. Ouro Preto, REM - Revista Escola de Minas, 61(1):29-34, 2008.

BOSCOV, M. E. G. **Geotecnia ambiental**. SÃO PAULO, 2008. OFICINA DE TEXTOS. ISBN: 9788586238734.

BRITO, L. C.; PARANHOS, H. S. **Estabilização de solos**. Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento. Edição 06. Ano 02, Vol. 01. pp 425 438, setembro de 2017. ISSN:2448-0959

BRUSHI, G.J. **Estabilização de rejeitos de mineração de bauxita por meio de um sistema ligante álcali-ativado de cinza do bagaço de cana-de-açúcar e cal de carbureto**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Escola de Engenharia - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 2020.

CAICEDO, A. M. L. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de cerâmica vermelha e cal de carbureto.** 2020. 270 p. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Porto Alegre, 2020.

CAMPANHA, A. **Caracterização de rejeitos de minério de ferro para uso em pavimentação.** Dissertação (mestrado). Universidade Federal de Viçosa. Viçosa – MG. 86 f. 2011.

CARNEIRO, A. A. (2020). **Comportamento mecânico de um rejeito de minério de ferro estabilizado com polímero e do compósito rejeito-polímero reforçado com fibras de polipropileno.** Tese de Doutorado, publicação G.DM- 162/20, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 146p.

CARVALHO, P. S. L.; SILVA, M. M.; ROCIO, M. A. R.; MOSZKOWICZ J. **Minério de ferro.** BNDES Setorial 39, p. 197-234, 2014.

CBDB (COMITÊ BRASILEIRO DE BARRAGENS). **A história das barragens no Brasil, séculos XIX, XX E XXI : Cinquenta anos do comitê brasileiro de barragens /** [Coordenador, Supervisor, Flavio Miguez De Mello ; Editor, Corrado Piasentin]. - Rio De Janeiro: CBDB, 2011. 524 P.: Il.; 29 cm. ISBN 978-85-62967-04-7.

CECHIN, L. **Análise da viabilidade técnica da produção de compósitos cerâmicos utilizando resíduos de minério de ferro da barragem do fundão e escória de alto-forno à carvão vegetal.** 2021. 150 F. Tese. (Programa De Pós graduação Em Engenharia Civil) - Universidade Tecnológica Federal Do Paraná. Curitiba, 2021.

CHAGAS, J. V. R. **Análise da deformabilidade do fosfogesso.** 2014. 130 f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia, Estruturas e Construção Civil) - Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2014.

CONSOLI, N. C.; PRIETTO, P. D. M.; ULBRICH, L. A. (1999). **The behavior of a fiber-reinforced cemented soil.** Ground Improvement, London, 3(1):21–30.

CONSOLI, N. C.; PRIETTO, P. D. M.; CARRARO, J. A. H.; HEINECK, K. S. **Behavior of compacted soil-fly ash-carbide lime mixtures.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 127, N. 9, P. 1–9, 2001.

CONSOLI, N. C.; MONTARDO, J. P.; PRIETTO, P. D. M; PASA, G. S. **Engineering behavior of a sand reinforced with plastic waste.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 128, N. 6, P. 462-472, 2002.

CONSOLI, N. C. et al. **Key parameters for strength control of artificially cemented soils.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 133, N. 2, P. 197–205, 2007.

CONSOLI, N. C.; VENDRUSCULO, M. A.; FONINI, A.; DALLA ROSA, F. **Fiber reinforcement effects on sand considering a wide cementation range.** Geotextiles and Geomembranes 27 (2009) 196–203, 2009.

CONSOLI, N. C. et al. **Parameters controlling tensile and compressive strength of artificially cemented sand.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 136, N. 5, P. 759–763, 2010.

CONSOLI, N. C.; ROSA, A. D.; SALDANHA, R. B. **Variables governing strength of compacted soil fly ash lime mixtures.** Journal of Materials in Civil Engineering, [s. l.], v. 23, n. 4, p. 432 440, 2011. Disponível em: <<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84881293408&partnerID=tZOtx3y1>>

CONSOLI, N. C. ET AL. (2013). **Key parameters for strength control of rammed sand–cement mixtures: influence of types of Portland cement.** Construction And Building Materials (Elsevier Bv), V. 49, P. 591-597. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.062>

CONSOLI, N. C. *et al.* **Control factors for the long-term compressive strength of lime treated sandy clay soil.** Transportation Geotechnics, Volume 1, Issue 3, setembro de 2014 Páginas 129-136. 2014.

CONSOLI, N. C. *et al.* **Influence of molding moisture content and porosity/cement index on stiffness, strength, and failure envelopes of artificially cemented fine-grained soils.** Journal of Materials in Civil Engineering, [S. L.], V. 29, N. 5, P. 04016277, 2017. A. Disponível Em: <[Http://ascelibrary.org/doi/10.1061/%28asce%29mt.1943-5533.0001819](http://ascelibrary.org/doi/10.1061/%28asce%29mt.1943-5533.0001819)>

CONSOLI, N.C.; WINTER, D. LEON, H.B.; SCHEUERMANN FILHO, H.C. **Durability, strength, and stiffness of green stabilized sand.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 144, N. 9, P. 462-472, 2018.

CONSOLI, N. C. ET AL. (2019). **The effects of curing time and temperature on stiffness, strength and durability of sand-environment friendly binder blends.** Soils And Foundations (Elsevier Bv), V. 59, N. 5, P. 1428-1439. <https://doi.org/10.1016/j.sandf.2019.06.007>

CONSOLI, N. C.; et al. **Durability evaluation of reclaimed asphalt pavement, ground glass and carbide lime blends based on unconfined compression tests.** Transportation Geotechnics 27 (2021) 100461, 2021a.

CONSOLI, N. C. et al. **General relationships controlling loss of mass, stiffness and strength of sustainable binders amended sand.** Transportation Geotechnics, v. 27, n. November 2020, p. 100473, 2021b.

CONSOLI, N.C; VOGT, JC; SILVA, J.P.S; CHAVES, H.M; SCHEUERMANN FILHO, H.C; MOREIRA, E.B; CAICEDO, L. A. **Behaviour of compacted filtered iron ore tailings–portland cement blends: new brazilian trend for tailings disposal by stacking.** Appl. Sci. 2022, 12, 836. <https://doi.org/10.3390/app12020836>

COUTINHO, A. DE S. **Fabrico e propriedades do betão.** Lisboa: Lnec, 1973. 610 p.

CRISTELO, N et al. **Rheological properties of alkaline activated fly ash used in jet grouting applications**. Construction And Building Materials, Elsevier, V. 48, P. 925–933, 2013. Issn 09500618. Doi: 10.1016/J.Conbuildmat.2013.07.063.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray diffraction**. Harlow. 2014.

CSN – COMPANHIA SIDERÚGICA NACIONAL. **Minério de ferro**. Disponível em: <<https://www.csn.com.br/homepage/minerio-de-ferro/>> Acesso em: 16 de junho 2021.

CUCCOVILLO, T., COOP, M. R. **On the mechanics of structured sands**. Geotechnique, London, [s. l.], v. 49, n.6, p.741-760, 1999.

DALLA ROSA, F. **Comportamento mecânico de um solo cimentado curado sob tensão em ensaios triaxiais**. Dissertação (mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil. Porto Alegre. 2006.

DARONCO, J.V.L. **Estudo do comportamento geomecânico de rejeito melhorado com cimento**. Dissertação de mestrado (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre. 2022.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymers**. Journal of Thermal Analysis, [s. l.], v. 37, n. 8, p. 1633-1656, 1991. Disponível Em: <<http://link.springer.com/10.1007/bf01912193>>

DAVIDOVITS, J. **Method for obtaining a geopolymeric binder allowing to stabilize, solidify and consolidate toxic or waste materials**, 5349118, 1994.

DEFÁVERI, K. do C. e S.; SANTOS, L. F. dos.; CARVALHO, J. M. F. de.; PEIXOTO, R. A. F.; BRIGOLINI, G. J.; **Iron ore tailing-based geopolymer containing glass wool residue: a study of mechanical and microstructural properties**. Construction and Building Materials. Volume 220, (2019), 375-385, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.05.181>.

DIAMBRA, A.; IBRAIM, E.; CONSOLI, N. C.; FESTUGATO, L. (2017). **Theoretical derivation of artificially cemented granular soil strength**. Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, V. 143(5), Pp. 1-9. [https://doi.org/10.1061/\(Asce\)Gt.1943-5606.0001646](https://doi.org/10.1061/(Asce)Gt.1943-5606.0001646)

DORNELLES, L.E. **Comportamento mecânico de um solo argiloso estabilizado com pó de vidro, cal de carbureto e hidróxido de sódio**. 2020. Dissertação (Mestrado Em Geotecnia) - Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

DUTRA, M. R. **Comportamento geomecânico de um rejeito de minério de ferro para baixas e altas tensões de confinamento**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Escola de Engenharia - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 2021.

DUXSON, P.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Physical evolution of Na- geopolymer derived from metakaolin up to 1000 °C**. Journal of Materials Science, [s. l.], v. 42, n. 9, p. 3044 3054, 2007. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10853-006->

0535-4>

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A. AND DEVENTER, J. S. J. **Geopolymer technology: The current state of the art**. Journal of materials science, advances in geopolymer science and technology. 42, p. 2917–2933, 2007.

ELÓI, F. P. F. **Ativação alcalina do rejeito de barragem de minério de ferro com adição de sílica ativa**. Dissertação (mestrado acadêmico). Universidade Federal de Ouro Preto. Departamento de Engenharia Civil. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. 67 f., 2020.

ESPÓSITO, T. J. **Metodologia probabilística e observacional aplicada a barragens de rejeito construídas por aterro hidráulico**. 2000. 363 f. Tese (Doutorado em Geotecnia) – Universidade Federal de Brasília, Brasília, 2000.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, J. G.; PUERTAS, F. **Alkali-activated slag mortars Mechanical strength behaviour**. Cement and Concrete Research 29 (1999) 1313–1321. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00154-4](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00154-4)

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F. **Effect of activator mix on the hydration and strength behaviour of alkali-activated slag cements**. Advances in Cement Research 15(3):129-136, January, 2003. <https://doi.org/10.1680/adcr.2003.15.3.129>

FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A. F.; GARCIA-LODEIRO, I. G.; PALOMO, A.; **Development of new cementitious materials by alkaline activating industrial by-products**. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 96 (2015) 012005, 2nd International Conference on Innovative Materials, Structures and Technologies. doi:10.1088/1757-899X/96/1/012005

FERRANTE, F.; AGUIAR, M. F. P. de.; CARVALHO, E. P.; COTA, F. L. D. G.; **Análise de estabilidade de pilha de rejeito de minério de ferro**. XVIII Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica. COBRAMSEG 2016 — 19-22 outubro, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

FERREIRA, K.C. et al., 2016, “Estudos do aproveitamento de rejeitos de um minério de ferro itabirítico da região de morro do Pilar”. Holos, v. 2., n. 32, pp.77-83.

FERREIRA, I. C. et al. **Reuse of iron ore tailings for production of metakaolin-based geopolymers**. Journal of Materials Research and Technology Volume 18, May–June 2022, Pages 4194-4200. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.192>

FESTUGATO, L. **Análise do comportamento mecânico de um solo micro-reforçado com fibras de distintos índices aspecto**. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2008.

FIGUEIREDO, R. A.M. et al. **Producing sodium silicate powder from iron ore tailings for use as an activator in one-part geopolymer binders**. Materials Letters, Volume 288, 1 de abril de 2021. 129333. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129333>

FOPPA, D. **Análise de variáveis-chave no controle da resistência mecânica de solos artificialmente cimentados**. Dissertação (Mestrado em Engenharia) 146 f. Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE - (FEAM). **INVENTÁRIO DE resíduos sólidos da mineração: ANO BASE 2017 /FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE. --- BELO HORIZONTE: FEAM, 2018.47 P. IL.**

GALHARDO, D. C. **Estudo sobre a viabilidade técnica da utilização de rejeitos de mineração de ferro em camadas de base e sub-base em pavimentos rodoviários**. Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 186 p., 2015.

GARCÍA-LODEIRO, I., PALOMO, A., FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. **An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders**, in: Pacheco-Torgal, F., Labrincha, J.A., Leonelli, C., Palomo, A., Chindapasirt, P. (Eds.), Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes. Woodhead Publishing series in civil and structural engineering, 2015.

GARTNER, E. **Industrially interesting approaches to “low-CO₂” cements**. Cement and Concrete Research, [s. l.], v. 34, n. 9, p. 1489-1498, 2014.

GENS, A.; NOVA, R. **Conceptual bases for a constitutive model for bonded soils and weak rocks**. In: International Symposium on Geotechnical Engineering of Hard Soils - Soft Rocks, 1., 1993, Athens. Proceedings... Rotterdam: A.A. Balkema, p. 485 – 494, 1993.

GIRODO, A., (2005), Mineração. Projeto APA Sul, **Estudos do meio físico**, Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral/ CPRM, Belo Horizonte, Mg.

GLAVAN, J. J. et al. **Adaptive design for systems factorial technology experiments**. Journal of Mathematical Psychology, [s. l.], v. 92, p. 102278, 2019. Disponível em: <<https://faculty.gvsu.edu/fificm/assets/publications/2019%20GlavanFoxFificHoupt.pdf>>

GOMES, J. H. F. **Análise e otimização da soldagem de revestimento de chapas de aço carbono utilizando arame tubular inoxidável austenítico**. Dissertação (Mestrado Em Engenharia De Produção). Universidade Federal De Itajubá (Unifei), Itajubá, Mg, P. 136, 2010.

GOMES, R. B.; TOMI, G. de.; ASSIS, P.S.; **Iron ore tailings dry stacking in pau branco mine, Brazil**. Journal of Materials Research and Technology. Volume 5, ISSUE 4, (2016), 339-344, ISSN 2238-7854, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.03.008>.

GUIMARÃES, N.C (2011). **Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas**. Dissertação de Mestrado, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 129 p.

GÜLLÜ, H., FEDAKAR, H.İ. **Metodologia de superfície de resposta para otimização das taxas de dosagem de estabilizador de areia marginal estabilizada com cinza de lodo e fibra com base em desempenhos de UCS**. KSCE J Civ Eng 21, 1717–1727 (2017). <https://doi.org/10.1007/s12205-016-0724-x>

GUTIÉRREZ, P., DE LA VARA, R. **Análisis y diseño de experimentos**. McGraw-Hill Interamericana De España S. L.; 3ed. P. 489. 2012.

HAJIABDOLMAJID, V., KAISER, P. K., MARTIN, C. D. **Modelling Brittle Failure of Rock**. International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences, [S. L.], V. 1, N. 39, P.731-741, 2002.

HEAD, K. H. **Manual of soil laboratory testing: Effective stress tests**. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, Ed. 2, V. 3, P. 425, 1998.

HERNANDEZ, H. M. O. **Caracterização geomecânica de rejeitos aplicada a barragens de aterro hidráulico**. Dissertação de Mestrado em Geotecnia. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, 2002.

HERNANDEZ, C. A. O., DE ARAUJO, A. C., VALADÃO, G. E. S., E AMARANTE, S. C., 2005, “**Pasting characteristics of hematite/quartz systems**”. Minerals Engineering. 18, Pp. 935–939.

IBEIRO, L. S. **Caracterização de resíduo de indústria de papel para utilização como material geotécnico**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2007.

IBRAM (INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO). **Gestão e manejo de rejeitos da mineração**. Instituto Brasileiro de Mineração. 1.Ed. - Brasília: IBRAM, 2016.128 P. ISBN: 978-85-61993-10-8.

IBRAM (INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO). **Informações sobre a economia mineral brasileira 2020 – Ano base 2019**. Instituto Brasileiro de Mineração; 1.Ed. - Brasília: IBRAM, 2020. 80p.ISBN: 978-65-990386-3-1.

IPT (INSTITUTO DE PESQUISAS TECNOLÓGICAS), **Rejeitos de mineração**. 16/02/2016. Disponível em: <http://www.ipt.br/noticias_interna.php?id_noticia=1043>. Acesso em: 20 junho 2021.

JASKULSKI, F. M. **Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro submetido a ativação alcalina pelo método “one-part”**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2022.

JARUSHI, F. ET AL. (2015). **A new correlation between SPT and CPT for various soils**. International Journal Of Environmental, Chemical, Ecological, Geological And Geophysical Engineering, v. 9, n. 2.

JEDARI, C. et al. **Grain and floc size distribution analysis of fine coal refuse slurry**. ICSMGE 2017 - 19th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical engineering, [s. l.], n. September, p. 403 406, 2017.

JOHN, V. M., 1995. **Cimentos de escória ativada com silicatos de sódio**. São Paulo: USP. 117p. Dissertação (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

KUA, T.-A. et al. **Strength assessment of spent coffee grounds-geopolymer cement utilizing slag and fly ash precursors**. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 115, p. 565 575, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.021>>

LA ROCHELLE, P., LEROUEIL, S., TRAK, B., BLAIS-LEROUX, L., TAVENAS, F. **Observational approach to membrane and area corrections in triaxial tests**. In: DONAGHE, R., CHANEY, R., SILVER, M. (Eds.). Advanced Triaxial Testing of Soil and Rock. West Conshohocken, PA: ASTM International, 1988: ASTM International, p. 715–731, 1988.

LAMBE, T. W.; WHITMAN, R. V. **Soil mechanics**. Wiley, 1969. 576 p.

LARA, L. L. D.; QUEIROZ, B. G.; SONCIM, S. P.; ALMEIDA, M. O. de.; OLIVEIRA, C. A. de S.; BELOTTI, F. M.; CAVALCANTE, E. H.; RESENDE, L. **Estudo do comportamento de um solo com adição de rejeito de flotação de minério de ferro para utilização em camadas de pavimentos**. 32º Congresso de Pesquisa e ensino em transporte da ANPET. Gramado, 2018. F. 1966-1977.

LEI Nº 12.305 - Política Nacional de Resíduos Sólidos. 2 de agosto de 2010.

LEI Nº 12.334 - Política Nacional De Segurança De Barragens; Sistema Nacional De Informações Sobre Segurança De Barragens. 20 de setembro De 2010.

LEI Nº 14.066 – Alteração Da Lei Nº 12.334; Fundo Nacional do Meio Ambiente (FNMA). 30 de setembro De 2020.

LEI Nº 23291 - Política Estadual De Segurança De Barragens. Lei Ordinária 23291 De Minas Gerais. 25/02/2019.

LEON, H. B. **O índice porosidade/teor volumétrico de cimento (η/C_{iv}) como um parâmetro de estado para areias cimentadas**. 2018. Dissertação (Mestrado Em Engenharia) – Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

LEROUEIL, S.; VAUGHAN, P. R. **The general and congruent effects of structure in natural soils and weak rocks**. Géotechnique. ISSN 0016-8505. E-ISSN 1751-7656. Volume 40. ISSUE 3, Pp. 467-488, September 1990, <https://doi.org/10.1680/geot.1990.40.3.467>

LIU, Y., DU, F., YUAN, L., ZENG, H., e KONG, S., 2010, “**Production of lightweight ceramisite from iron ore tailings and its performance investigation in a biological aerated**

filter (BAF) reactor”, Journal of Hazardous Materials, 15 JUNHO 2010; 178(2010):999-1006. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2010.02.038.

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Tratamento de minérios**. CETEM/MCT, 2010.

MACHADO, W. G. de F. **Monitoramento de barragens de contenção de rejeitos da mineração**. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica. Engenharia Mineral. São Paulo, 2007. DOI10.11606/D.3.2007.tde-31032008-154124

MARQUES, J. C., 1994. **Escória de alto forno: Estudo visando seu emprego no preparo de argamassas e concretos**. São Paulo: USP. 175p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

MALEK, R.I.; KHALIL, Z. H.; IMBABY, S.S.; ROY, D.M. **The contribution of class-F fly ash to the strength of cementitious mixtures**. Cement And Concrete Research, Vol, 35, ISSUE6, P,1152-1154, 2005.

MAKUSA, G. P. **Soil stabilization methods and materials in engineering practice: State of the art review**. Sweden: Lulea° University of Technology, 2013.

MENDES, B. C. **Reaproveitamento do rejeito de minério de ferro, liberado no desastre envolvendo o rompimento da barragem de Fundão (MG), na produção de blocos cerâmicos**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa. Viçosa, MG, 76 f. 2019.

MENÉNDEZ, G.; BONAVETTI, V.; IRASSAR, E.F.; **Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast-furnace slag**. Cement and Concrete Composites. Volume 25, Issue 1,2003, 61-67, ISSN 0958 9465, [https://Doi.Org/10.1016/S0958-9465\(01\)00056-7](https://Doi.Org/10.1016/S0958-9465(01)00056-7).

MENEZES, A. C. C. de. **Análise do comportamento de rejeitos de mineração de ferro submetidos ao ensaio HCT**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Viçosa. Viçosa-MG. 2017.

MIGUEL, G. D. **Desempenho e comportamento mecânico de um solo dispersivo e sulfatado tratado com uma pozolana artificial, cal de carbureto e reforçado com fibras de vidro**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Programa de pós-graduação em engenharia civil. Porto Alegre/RS. 2020.

MIGUEL, G. D. **Multiaxial response of lightly cemented iron ore tailings**. Doctoral Thesis (qualification) – Postgraduate Program in Civil Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2008.

MITCHELL, J K. **Soil improvement**. Developments in Geotechnical Engineering, v. 75, n. 100, p. 397–475, 1994. ISSN 01651250. DOI: 10.1016/B978-0-444-88549-4.50023-X.

- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. ed. 2, Limusa Wiley, 2004.
- MONTGOMERY, D. C. **Introdução ao controle estatístico de qualidade**. Rio de Janeiro: LTC, ed. 4, 2009.
- MONTGOMERY, D. C., PECK, E. A., VINING, G. G. **Introdução à análise de regressão linear**. John Wiley & Filhos, 2012.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 9. ed. New York, United States: John Wiley & Sons, Inc., 2017.
- MOREIRA, E. B. **Capacidade de carga de fundações superficiais assentes sobre camada de solo cimentado**. (2020). 221 f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2020.
- MOTTA, H. P. G. da. **Comportamento de um rejeito de transição em centrífuga geotécnica**. 132 P.: IL.; Dissertação (Mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa De Engenharia Civil. Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2008.
- MUKESH, A P; PATEL, H S. **A review on the effects of stabilizing agents for stabilization of weak soil**. Civil And Environmental Research, V. 2, N. 6, P. 1–7, 2012.
- OGUNDIRAN, M. B., NUGTEREN, H. W., WITKAMP, G. J. **Immobilisation of lead smelting slag within spent aluminate fly ash based geopolymers**. Journal Of Hazardous Materials, [S. 1.], V. 248-249, N. 1, P. 29-36, 2013.
- PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J.; JALALI, S. Properties of tungsten mine waste geopolymeric binder. Construction And Building Materials, [S. L.], V. 22, N. 6, P. 1201 1211, 2008. Disponível Em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0950061807000372>>
- PACHECO-TORGAL, F., CASTRO-GOMES, J., JALILI, S. **Durability and environmental performance of alkali-activated tungsten mine waste mud mortars**. Journal Of Materials In Civil Engineering, [S. 1.], V. 22, N. 9, P. 897–904, 2010.
- PACHECO-TORGAL, F. *et al.* **Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes**. [S.L.: S.N.], 2015. P. 1–830. Isbn 9781782422884. Doi: 10.1016/C2013-0-16511- 7
- PALOMO, A; GRUTZECK, M. W; BLANCO, M. T. **Alkali-activated fly ashes: A cement for the future**. Cement and Concrete Research, V. 29, P. 1323–1329, 1999.
- PEDROSO, D. E. **Aproveitamento do rejeito de minério de ferro em compósitos para construção civil**. 2020. 115 p. Tese (Doutorado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Curitiba, 2020.

PEREIRA E.L. **Estudo do potencial de liquefação de rejeitos de minério de ferro sob carregamento estático**. Minas Gerais, 2005. 210f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) - Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto.

PINTO, A T. **Sistemas ligantes obtidos por activação alcalina do metacaulino**. 2004. Tese de Doutorado – Universidade do Minho.

PRIETTO, P.D.M. **Estudo do comportamento mecânico de um solo artificialmente cimentado**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul. Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil. Porto Alegre/Rs. 1996.

PRESOTTI, E. da S. **Influência do teor de ferro nos parâmetros de resistência de um rejeito de minério de ferro**. 2002. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil, Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, 2002.

PROVIS, J. L. Geopolymers and other alkali activated materials: Why, how, and what? *Materials And Structures*, [S. L.], V. 47, N. 1 2, P. 11 25, 2014. Disponível Em: <[Http://Link.Springer.Com/10.1617/S11527-013-0211-5](http://Link.Springer.Com/10.1617/S11527-013-0211-5)>

PROVIS, J. L. & VAN DEVENTER, J. S. J. 2014. “**Alkali activated materials: State-of-the-art report**”, RILEM TC 224-AAM”. ISSN 2213-204X ISSN 2213-2031 (ELECTRONIC) ISBN 978-94-007-7671-5 ISBN 978-94-007-7672-2 (EBOOK). DOI 10.1007/978-94-007-7672-2

PUERTAS, F. **Cementos de escorias activadas alcalinamente: situación actual y perspectivas de futuro**. *Materiales De Construccion*, V. 45, N. 100, P. 53–64, 1995.

REDDY, N. G.; RAO, B. H. **Evaluation of the compaction characteristics of untreated and treated red mud**. In: GEO-CHICAGO.2016, Reston, VA. Anais... Reston, VA: American Society of Civil Engineers, 2016. Disponível em:<https://www.researchgate.net/publication/306061623_Evaluation_of_the_Compaction_Characteristics_of_Untreated_and_Treated_Red_Mud>

REN *et al.* (2017). **Crystallization behavior of blast furnace slag modified by adding iron ore tailing**. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 24 (2017), 601-607.

REZENDE, V.A. **Estudo do comportamento de barragem de rejeito arenoso alteada por montante**. Ouro Preto, 2013. 181 F. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) - Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto.

RIBEIRO, J. L. D., CATEN, C. S. T. **Projeto de experimentos**. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, 2011.

RIVERA, O. G., LONG, W. R., WEISS JR. C. A., MOSER, R. D., WILLIAMS, B. A., TORRESCANCEL, K., GORE, E. R., ALISSON, P. G. **Effect of elevated temperature on alkali-activated geopolymeric binders compared to Portland cement-based binders**. *Cement and Concrete Research*, [s. 1.], v. 90, p. 43–51, 2016.

RODRIGUES, M. I., IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos: Uma estratégia seqüencial de planejamentos**, Casa do Pão Editora, Campinas, São Paulo, 2005.

ROSIÈRE, C. A.; CHEMALE F J.; **Itabiritos e minérios de ferro de alto teor do quadrilátero ferrífero – Uma visão geral e discussão**. Geonomos 8 (2): 27-43, 2000.

RUVER, C.A. **Estudo do arrancamento de fundações em solos tratados com cimento**. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Porto Alegre/RS. 293 p. 2011.

SAKTHIVEL, R., VASUMATHI, N., SAHU, D., MISHRA, B. K., 2010, “**Synthesis of magnetite powder from iron ore tailings**”, Powder Technology, 201(2), 187-190.

SALDANHA, R. B. **Misturas cinza volante, cal de carbureto e cloreto de sódio: comportamento da resistência à compressão simples, durabilidade e lixiviação em coluna**. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre, 2018.

SALDANHA, R. B.; ROCHA, C. G. da.; CAICEDO, A. M. L.; CONSOLI, N. C. **Technical and environmental performance of eggshell lime for soil stabilization** Construction and Building Materials 298 (2021) 123648, 2021.

SARGENT, P., HUGHES, P.N., ROUAINIA, M., WHITE, M.L., 2013. **The use of alkali activated waste binders in enhancing the mechanical properties and durability of soft alluvial soils**. Eng. Geol. 152, 96–108.

SARGENT, P. **The development of alkali-activated mixtures for soil stabilisation**. In Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes; Pacheco-Torgal, F.; Labrincha, J.; Leonelli, C.; Palomo, A.; Chindaprasit, P.; Eds.; Elsevier: Cambridge, MA, USA; pp. 555–604, 2015.

SANT’ANA, A. P. **Caracterização tecnológica de misturas solo–escória de alto-forno granulada moída para fins rodoviários**. 74f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2003.

SANTOS, C. P. **Estabilização de um rejeito de mineração de ouro por meio da álcali-ativação de cal de carbureto e cinza do bagaço de cana-de-açúcar**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2021.

SCHNAID, F., PRIETTO, P. D. M., CONSOLI, N. C. **Characterization of cemented sand in triaxial compression**. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, [S. 1.], V. 127, N. 10, P.857-868, 2001.

SCHNAID, F.; NIERWINSKI, H.P.; BEDIN, J.; ODEBRECHT, E. **On the characterization and classification of bauxite tailings**. SOILS AND ROCKS, [S. L.], V. 37, N. 3, P. 277 284, 2015.

SENF, D.; MASALA, S.; NIK, R. **Comparison of particle size distributions obtained by laser diffraction and sieve-hydrometer methods for oil sand tailings.** In: PAN-AM CGS GEOTECHNICAL CONFERENCE 2011, Toronto, Canada. Anais... Toronto, Canada: Canadian Geotechnical Society, 2011. Disponível em: <papers3://publication/uuid/75337d9a-127c-45ef-afa5-139836d5a326>

SERVI, S.P. **Comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro estabilizado com agentes aglomerantes.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2022.

SHETTIMA, A. U.; HUSSIN, M. W.; AHMAD, Y.; MIRZA, J. **Evaluation of iron ore tailings as replacement for fine aggregate in concrete.** Construction and Building Materials. Volume 120, (2016) 72-79. ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.095>.

SHEKHAWAT, P.; SHARMA, G.; SINGH, R. M. **Strength behavior of alkaline activated eggshell powder and fly ash geopolymer cured at ambient temperature.** Construction And Building Materials, Volume 223, 30 De Outubro De 2019, Páginas 1112-1122 <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.325>

SHI, C.; QIAN, J. **High performance cementing materials from industrial slags - A review.** Resources, Conservation and Recycling, 29 (3), P.195-207.2000.

SHI, C.; KRIVENKO, P.; ROY, D. **Alkali-activated cements and concretes.** Taylor and Francis, London and New York, 2006.

SILVA, M. C. A. da. **Stress-strain response of soft soils stabilised with alkali activated industrial by-products.** Universidade do Minho - Escola de Engenharia. Tese de doutorado. Braga, Portugal, 2021.

SNISB (2021). **Sistema nacional de informações sobre segurança de barragem.** Disponível:<<https://app.powerbi.com/view?r=eyJrljoiYjk1NjE3ZjQtNmIzNi00YzIxLWE5Y2UtMTZhZDM4ZDc0MTJlIiwidCI6ImUwYmI0MDEyLTgxMGItNDY5YS04YjRkLTY2N2ZjZD-FiYWY4OCJ9%20>> Acesso em: 13, junho e 2021.

SITHOLE, N. T.; MASHIFANA, T.; **Geosynthesis of building and construction materials through alkaline activation of granulated blast furnace slag.** Construction and Building Materials, Volume 264, 2020, 120712, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120712>.

SKEMPTON, A. W. **The pore-pressure coefficients A and B,** Géotechnique, [s. 1.], v. 4, p. 143-147, 1954.

SOARES, E. M. M. **Melhoria do solo residual granítico com recurso à ativação alcalina de cinzas volantes.** 2013. Dissertação (Mestrado Em Engenharia Civil) – Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil - Universidade De Trás-Os-Montes E Alto Douro.

SOFI, M. et al. **Engineering properties of inorganic polymer concretes (IPCs)**. Cement and Concrete Research, [s. l.], v. 37, n. 2, p. 251-257, 2007. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0008884606002511>>

SOUZA PINTO, C. de. **Curso básico de mecânica dos solos em 16 aulas**. 3ª Ed. São Paulo: Oficina De Textos. 2006.

SOSA, E.R. (2016). **Caracterização e aproveitamento dos rejeitos oriundos de processos hidrometalúrgicos do níquel e cobalto com um enfoque geoambiental**. Tese de Doutorado em Geotecnia. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 170 P.

SOTOMAYOR, J. M. G. **Avaliação do comportamento mecânico drenado e não drenado de rejeitos de minérios de ferro e de ouro reforçados com fibras de polipropileno**. 184 F: Il. Color.; 30 Tese (Doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, 2018.

TELLES, A.C.M. **Análise do comportamento de um rejeito de minério de ferro no estado de regime permanente**. Rio De Janeiro, 2017. 126f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Departamento de Engenharia Civil – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

THOMÉ, A. **Estudo do comportamento de um solo mole tratado com cal, visando seu uso em fundações superficiais**. 1994. F. 149. Dissertação (Mestrado Em Engenharia) – Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Civil - Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre.

TORRES-CARRASCO, M. **Reutilización de residuos vítreos urbanos e industriales en la fabricación de cementos alcalinos. Activación, comportamiento y durabilidad**. Memoria para optar al título de Doctor. Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja (IETcc-CSIC). Madrid, 2015.

TORRES-CARRASCO, M.; PUERTAS, F. **Alkaline activation of different aluminosilicates as an alternative to Portland cement: Alkali activated cements or geopolymers**, Revista Ingeniería de Construcción. Santiago, v.32, n. 2, pp 5-12, Aug. 2017. Access on 14 Jan. 2021. <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-50732017000200001>

VALE S.A.; **Minério de ferro e pelotas**. Disponível em: <<http://www.vale.com/brasil/PT/business/mining/iron-ore-pellets/Paginas/default.aspx>>. Acesso em: 16 de junho 2021. a.

VALE S.A.; **Complexo S11D Eliezer Batista**. Disponível em: <<http://www.vale.com/brasil/PT/business/mining/Paginas/s11d.aspx>>. Acesso em: 18 de junho 2021. b.

VAN JAARVELD, J. G. S., LUKEY, G. C., VAN DEVENTER, J. S. J., GRAHAM. A. **The stabilisation of mine tailings by reactive geopolymerisation**. In. International Congresso on Mineral Processing and Extractive Metallurgy: Minprex 2000, n. 9, p. 363-371, 2000.

VEITH, G. H. **"Propriedades de engenharia de solos argilosos com sulfato estabilizados com escória de alto forno granulada moída ativada com cal (GGBS)"**. Electronic Thesis or Dissertation, University of South Wales, 2000.

VELTEN, R. Z.; SANT'ANA, A. P.; LIMA, D. C. de; SILVA, C. H. de C.; CARVALHO, C. A. B. de; COUTO, L. G.; MACHADO, C. C. **Caracterização mecânica de misturas solo-escória de alto forno granulada moída para aplicações em estradas florestais**. Sociedade De Investigações Florestais. R. Árvore, Viçosa-MG, V.30, N.2, P.235-240, 2006.

WANG, S D, SCRIVENER, K L, AND PRATT, P L. **Factors affecting the strength of alkali-activated slag**. Cement and Concrete Research, Vol.24, No. 6, pp. 1033-1043, 1994. United States. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(94\)90026-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)90026-4)

WILKINSON, A.; HAQUE, A.; KODIKARA, J. **Stabilisation of clayey soils with industrial by-products: part A**. Proceedings of the Institution of Civil Engineers – Ground Improvement, [s. l.], v. 163, n. 3, p. 149 163, 2010. Disponível em: <<http://www.icevirtuallibrary.com/doi/10.1680/grim.2010.163.3.149>>

WINTER, D. **Resistência, rigidez e durabilidade de solos arenosos estabilizados com materiais mais sustentáveis**. 2018. 168 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

WMD - World Mining Data. Federal Ministry of Agriculture, Regions and Tourism Stubenring 1, 1010 Vienna. Volume 36 C. Reichl, M. Schatz Minerals Production Vienna, 2021. ISBN 978-3-901074-50-9.

WOLFF, A.P. (2009). **Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale**. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia Mineral. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG. 90 p.

XU, H.; VAN DEVENTER, J. S. J. **The geopolymerisation of alumino-silicate minerals**. International Journal Of Mineral Processing, [s. l.], v. 59, n. 3, p. 247 266, 2000. disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0301751699000745>>

XU, H.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymerisation of multiple minerals**. Minerals Engineering, [s. l.], v. 15, n. 12, p. 1131 1139, 2002. Disponível em: <<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0892687502002558>>

YANG, T.; ZHU, H.; ZHANG, Z.; **Influence of fly ash on the pore structure and shrinkage characteristics of metakaolin-based geopolymer pastes and mortars**. Construction and Building Materials. Volume 153, 2017, 284-293, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.067>.

YAO, G.; WANG, Q.; WANG, Z.; WANG, J.; LYU, X.; **Activation of hydration properties of iron ore tailings and their application as supplementary cementitious materials in cement**. Powder Technology. Volume 360, (2020), 863-871, ISSN 0032-5910, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.11.002>.

YAZICI, V. **"Stabilization of expansive clays using granulated blast furnace slag (GBFS), GBFS-lime combinations and GBFS cement"**. M.S. Thesis, METU, 2004.

YE, N. Y. (2016). **Synthesis and strength optimization of one-part geopolymer based on red mud**. Construction and Building Materials.

YOUNG, G.; YANG, M. **Preparation and characterization of Portland cement clinker from iron ore tailings**. Construction and Building Materials. Volume 197 (2019)152-156, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.236>.

ZHANG, M.; GUO, H.; EL-KORCHI, T.; ZHANG, G.; TAO, M. **Experimental feasibility study of geopolymer as the next-generation soil stabilizer**. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 47, p. 1468-1478, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.017>

ZHANG, N., TANG, B., LIU, X. **Cementitious activity of iron ore tailing and its utilization in cementitious materials, bricks and concrete**. Construction and Building Materials, Volume 288, 21 June 2021. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.123022>