

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

**Comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro  
estabilizado com agentes aglomerantes**

**Saymon Porto Servi**

Porto Alegre  
2022

SAYMON PORTO SERVI

**COMPORTAMENTO MECÂNICO DE RESÍDUO DE  
MINÉRIO DE FERRO ESTABILIZADO COM AGENTES  
AGLOMERANTES**

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

**SAYMON PORTO SERVI**

**COMPORTAMENTO MECÂNICO DE RESÍDUO DE  
MINÉRIO DE FERRO ESTABILIZADO COM AGENTES  
AGLOMERANTES**

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, 24 de fevereiro de 2022

Prof. Nilo Cesar Consoli  
Ph.D. Concordia University, Canadá  
Orientador

Prof. Cezar Augusto Burkert Bastos  
Dr. pela Universidade Federal do Rio  
Grande do Sul  
Coorientador

Prof. Lucas Festugato  
Coordenador do PPGEC/UFRGS

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Lucas Festugato (UFRGS)**  
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

**Prof. Tiago Miranda (UMinho)**  
Dr. pela Universidade do Minho (Portugal)

**Prof. Antônio Marcos de Lima Alves (FURG)**  
Dr. pela Universidade Federal do Rio de Janeiro

**Prof. Andres Maurício Lotero Caicedo (UFRGS)**  
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Dedico este trabalho a Deus e a minha família pelo  
incansável apoio ao longo desta jornada.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, agradeço pelo dom da vida e por guiar meu caminho até aqui.

À minha família, agradeço pelo apoio oferecido em minhas escolhas e por compreenderem minha ausência em diversos momentos. À minha mãe Debora, por ser meu exemplo de vida pessoal e profissional, pelo apoio constante, estando sempre presente nos diversos momentos de minha vida. Aos meus irmãos Samuel e Helena, por serem para mim um motivo para seguir.

Ao professor e orientador Nilo Consoli, agradeço pela confiança, pelos ensinamentos passados, por me permitir um crescimento como engenheiro geotécnico e por ser um exemplo de profissional a ser seguido. Obrigado pela oportunidade de trabalho e pelos diversos auxílios oferecidos para desenvolvimento de deste estudo.

Ao professor e coorientador Cezar Bastos, agradeço pela oportunidade de adentrar na vida de pesquisador durante o período de graduação na Universidade Federal do Rio Grande (FURG) e pelo incentivo em seguir evoluindo na vida acadêmica. Agradeço a confiança e o apoio para retornar ao Laboratório de Geotecnia e Concreto Prof. Cláudio Renato Rodrigues Dias (LGC) para desenvolver meu trabalho de mestrado.

A todos os professores e colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), agradeço pelos ensinamentos transmitidos, pelas trocas de conhecimentos e pela oportunidade de me desenvolver como profissional da área geotécnica.

Aos professores, colegas e amigos do LGC da FURG, agradeço pelo apoio contínuo durante estes quatro anos de convivência. Agradeço pelas oportunidades oferecidas, pela amizade e pelo companheirismo, seja na elaboração e discussão de pesquisas acadêmicas e/ou em momentos diversos de confraternização.

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

## RESUMO

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

A indústria de extração mineral tem grande importância no desenvolvimento econômico de diversos países, bem como, tem papel fundamental no desenvolvimento da sociedade, tendo em vista que os produtos explorados são essenciais para uso cotidiano. Entretanto, tais atividades são responsáveis por um elevado impacto ambiental, consumindo recursos não renováveis e gerando milhões de metros cúbicos de resíduos anualmente. Os resíduos, por sua vez, acabam sendo dispostos em barragens de contenção, apresentando um potencial de dano catastrófico em casos de ruptura. Neste cenário, faz-se necessário o desenvolvimento de novas soluções para uso destes resíduos de mineração, buscando formas alternativas de deposição e/ou formas de reciclagem, como materiais alternativos. O objetivo deste estudo é avaliar a resposta mecânica, a partir de ensaios de resistência e durabilidade, de resíduo de minério de ferro estabilizado com diferentes agentes cimentantes, sendo estes: (i) cimento Portland de alta resistência inicial; e (ii) ligante álcali-ativado. Para desenvolvimento do ligante alternativo utilizou-se, como fonte de aluminossilicato e cálcio, a cinza de casca de arroz e a cal de carbureto e, como fonte de elemento alcalino, uma mistura de hidróxido e silicato de sódio. Com base em um estudo estatístico experimental, desenvolveram-se diferentes dosagens de materiais precursores e ativadores alcalinos que atingiram valores na faixa de 1 à 13 MPa aos 7 dias de cura. A partir da metodologia de superfície de resposta obteve-se um ligante álcali-ativado dosado para o melhor desempenho mecânico. Posteriormente, avaliaram-se misturas de resíduo de minério de ferro com os agentes aglomerantes, tendo resultados na faixa de 500 a 4500 kPa de resistência à compressão simples, 40 a 400 kPa de resistência à tração na compressão diametral e 5 a 40% de perda de massa acumulada por ciclos de molhagem, secagem e escovação. Conclui-se o potencial uso de agentes cimentantes para melhora de resistência e durabilidade de resíduo de minério de ferro.

**Palavras-chave:** *Resíduos de mineração; ativação alcalina; cinza de casca de arroz; cal de carbureto; cimento Portland*

## ABSTRACT

SERVI, S. P. **Mechanical behaviour of iron ore tailings stabilised with cementing agents.** 2022. Dissertation (Master's in Civil Engineering) – Graduate Program in Civil Engineering, UFRGS, Porto Alegre.

The mineral extraction industry is of great importance in the economic development of several countries, as well as having fundamental role for development of society, considering that the exploited products are essential for daily use. However, such activities are responsible for a high environmental impact, consuming non-renewable resources and generating millions of cubic meters of waste annually. The waste, in turn, ends up being disposed of in containment dams, presenting a potential for catastrophic damage in cases of rupture. In this case, it is necessary to develop new solutions for the use of these mining waste, seeking alternative forms of disposal and/or forms of recycling as alternative materials. The aim of this study is to evaluate the mechanical response, from strength, stiffness and durability tests, of iron ore tailing stabilized with different cementing agents, namely: (i) high initial strength Portland cement; and (ii) activated alkali binder. For the development of the alternative binder, rice husk ash and carbide lime were used as a source of aluminosilicate and calcium and, as a source of alkaline element, a mixture of sodium hydroxide and sodium silicate. Based on an experimental statistical study, different dosages of precursor materials and alkaline activators were developed, which reached values in the range of 1 to 13 MPa at 7 days of curing. From the response surface methodology, an alkali-activated binder was dosed for the best mechanical performance. Subsequently, mixtures of iron ore residue with the binding agents were evaluated, with results in the range of 500 to 4500 kPa of simple compressive strength, 40 to 400 kPa of tensile strength in diametric compression and 5 to 40% loss of mass accumulated by cycles of wetting, drying and brushing. The potential use of cementing agents to improve strength and durability of iron ore residue is concluded.

**Keywords:** *Mining tailings; alkaline activation; rice husk ash; carbide lime; Portland cement*

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Localização das principais reservas minerais brasileiras (ANM, 2020).....	22
Figura 2.1 – Reservas mundiais de minério de ferro (adaptado de USGS, 2021).....	27
Figura 2.2 – Fluxograma simplificado de beneficiamento de minérios (LUZ & LINS, 2018)	28
Figura 2.3 – Classificação de resíduos da mineração com base na distribuição granulométrica (adaptado de MCLEOD & BJELKEVIK, 2017).....	36
Figura 2.4 – Curvas granulométricas de resíduos de minério de ferro.....	40
Figura 2.5 – Incidentes de barragens em função do método construtivo (modificado de ICOLD, 2001).....	44
Figura 2.6 – Geometria do sistema de contenção da Mina de Stava (modificado de DAVIES <i>et al.</i> , 2002).....	45
Figura 2.7 – Fases da ruptura da barragem de contenção da Mina de Fernandinho (PARRA & LASMAR, 1987).....	46
Figura 2.8 – Barragem de Fundão e reservatório antes (a) e depois (b) da ruptura (MORGENSTERN <i>et al.</i> , 2016).....	49
Figura 2.9 – Seção transversal da barragem I com destaque para os alteamentos (ROBERTSON <i>et al.</i> , 2019).....	50
Figura 2.10 – Curva dosagem para solo-cimento (adaptado de FOPPA, 2005).....	59
Figura 2.11 – Cinza de casca de arroz <i>in natura</i> (esquerda), submetida à tratamento térmico (centro) e submetido à tratamento combinado (térmico + físico) (direita) (SERVI <i>et al.</i> , 2019a).....	70
Figura 3.1 – Curva granulométrica do resíduo de minério de ferro obtida por peneiramento e sedimentação.....	73
Figura 3.2 – Ensaio Proctor de compactação do resíduo de minério de ferro.....	74
Figura 3.3 – DRX do resíduo de minério de ferro.....	76
Figura 3.4 – MEV do resíduo de minério de ferro em magnitudes: 200 (a), 800 (b), 1500 (c) e 8000 (d) vezes.....	77
Figura 3.5 – EDS de partículas de resíduo de minério de ferro.....	77
Figura 3.6 – Curva granulométrica da cinza de casca de arroz obtido por granulometria à laser.....	79
Figura 3.7 – DRX da cinza de casca de arroz.....	81

Figura 3.8 – MEV da cinza de casca de arroz nas magnitudes: 180 (a), 1000 (b), 1700 (c) e 3500 (d) vezes.....	82
Figura 3.9 - EDS de partículas de cinza de casca de arroz.....	82
Figura 3.10 – Curva granulométrica da cal de carbureto obtido por granulometria à laser .....	84
Figura 3.11 – DRX da cal de carbureto .....	86
Figura 3.12 – MEV da cal de carbureto nas magnitudes: 1000 (a), 2500 (b), 5000 (c) e 19000 (d) vezes.....	87
Figura 3.13 – EDS de partículas de cal de carbureto.....	87
Figura 3.14 – Curva granulométrica do cimento Portland obtido por granulometria à laser ...	89
Figura 4.1 – Resistência à compressão simples média (PF).....	107
Figura 4.2 – Gráfico de Pareto (PF) .....	107
Figura 4.3 – Diagrama de efeitos principais (PF).....	109
Figura 4.4 – Resistência à compressão simples média (PCSO) .....	111
Figura 4.5 – Gráfico de Pareto (PCSO).....	112
Figura 4.6 – Diagrama de efeitos principais (PCSO) .....	114
Figura 4.7 – Diagrama de efeitos de interação (PCSO) .....	115
Figura 4.8 – Diagrama de resíduos (PCSO) .....	116
Figura 5.1 - Resistência à compressão simples média (RLA).....	120
Figura 5.2 – Gráfico de Pareto para resistência à compressão simples (RLA) .....	122
Figura 5.3 – Diagrama de efeitos principais para resistência à compressão simples (RLA) .	123
Figura 5.4 - Diagrama de interação para resistência à compressão simples (RLA).....	123
Figura 5.5 - Resistência à compressão simples média (RCP) .....	124
Figura 5.6 – Gráfico de Pareto para resistência à compressão simples (RCP).....	126
Figura 5.7 – Diagrama de efeitos principais para resistência à compressão simples (RCP)..	127
Figura 5.8 - Diagrama de interação para resistência à compressão simples (RCP) .....	127
Figura 5.9 - Resistência à tração na compressão diametral média (RLA) .....	128
Figura 5.10 – Gráfico de Pareto para resistência à tração na compressão diametral (RLA)..	130
Figura 5.11 - Resistência à tração na compressão diametral média (RCP).....	131

Figura 5.12 – Gráfico de Pareto para resistência à tração na compressão diametral (RCP) ..	132
Figura 5.13 – Perda de massa individual em cada ciclo (RLA) .....	133
Figura 5.14 – Perda de massa acumulada em cada ciclo (RLA) .....	134
Figura 5.15 – Perda de massa individual em cada ciclo (RCP).....	135
Figura 5.16 – Perda de massa acumulada em cada ciclo (RCP).....	136
Figura 5.17 – Relação entre resistência à compressão simples e índice $\eta/B_{iv}$ (RLA).....	138
Figura 5.18 – Relação entre resistência à compressão simples e índice $\eta/B_{iv}$ (RCP) .....	139
Figura 5.19 – Relação entre resistência à compressão simples normalizada e índice $\eta/B_{iv}$ ...	142
Figura 5.20 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral e índice $\eta/B_{iv}$ (RLA) .....	143
Figura 5.21 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral e índice $\eta/B_{iv}$ (RCP) .....	144
Figura 5.22 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral normalizada e índice $\eta/B_{iv}$ .....	147
Figura 5.23 – Relação entre perda de massa acumulada em diferentes ciclos e índice $\eta/B_{iv}$ (RLA).....	148
Figura 5.24 – Relação entre perda de massa acumulada em diferentes ciclo e índice $\eta/B_{iv}$ (RCP) .....	149
Figura 5.25 – Zonas usuais e não usuais de <i>PMA</i> e índice $\eta/B_{iv}$ (RLA e RCP).....	152
Figura 5.26 – Relação entre a perda de massa acumulada normalizada e o índice $\eta/B_{iv}$ .....	154
Figura 5.27 – Relação entre resistência à tração e resistência à compressão .....	155
Figura 5.28 – Relação entre resistência mecânica normalizada e índice $\eta/B_{iv}$ .....	156
Figura 5.29 – Relação entre resistência mecânica normalizada e índice $\eta/B_{iv}$ para distintas variáveis .....	159
Figura 5.30 – Relação entre perda de massa acumulada e resistência à compressão simples	160

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Classificação de resíduos de mineração (adaptado de MCLEOD & BJELKEVIK, 2017) .....	35
Tabela 2.2 – Peso específico real dos grãos de resíduos de minério de ferro .....	41
Tabela 2.3 – Teores de cimento em função do tipo de solo (adaptado de INGLES & METCALF, 1972) .....	58
Tabela 2.4 – Teor de cimento mínimo para o ensaio de compactação de solo-cimento (ABNT NBR 12253, 2012).....	58
Tabela 3.1 – Propriedades físicas do resíduo de minério de ferro.....	74
Tabela 3.2 – Ensaio Proctor de compactação do resíduo de minério de ferro .....	75
Tabela 3.3 – Composição química do resíduo de minério de ferro (em %).....	75
Tabela 3.4 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro .....	78
Tabela 3.5 – Propriedades físicas da cinza de casca de arroz.....	79
Tabela 3.6 – Composição química da cinza de casca de arroz (em %) (modificado de CONSOLI <i>et al.</i> , 2019).....	80
Tabela 3.7 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro .....	83
Tabela 3.8 – Propriedades físicas da cal de carbureto.....	84
Tabela 3.9 – Composição química da cal de carbureto (em %) (modificado de SALDANHA <i>et al.</i> , 2018).....	85
Tabela 3.10 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro .....	88
Tabela 3.11 – Propriedades física do cimento Portland de alta resistência inicial.....	89
Tabela 3.12 – Propriedades físico-químicas do silicato de sódio (Fornecedor).....	90
Tabela 3.13 – Programa experimental.....	92
Tabela 3.14 – Variáveis controláveis, fixas e respostas da etapa 2 .....	96
Tabela 3.15 – Variáveis controláveis, fixas e respostas da etapa 3 .....	98
Tabela 4.1 – Tratamentos e composição detalhada do PF.....	106
Tabela 4.2 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (PF) .....	108

Tabela 4.3 – Tratamentos e composição detalhada do PCSO .....	110
Tabela 4.4 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (PCSO).....	112
Tabela 4.5 – Dosagem e composição detalhada do ligante álcali-ativado otimizado .....	116
Tabela 5.1 - Tratamentos para ensaios de resistência mecânica.....	119
Tabela 5.2 - Tratamentos para ensaios de durabilidade.....	119
Tabela 5.3 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (RLA).....	121
Tabela 5.4 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (RCP).....	125
Tabela 5.5 – Tabela ANOVA para resistência à tração na compressão diametral (RLA) .....	129
Tabela 5.6 – Tabela ANOVA para resistência à tração na compressão diametral (RCP).....	131

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ACI	<i>American Concrete Institute</i>
ANOVA	Análise de Variância
ART	Resíduos de rocha alterada
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ANM	Agência Nacional de Mineração
CAH	Aluminato de Cálcio Hidratado
CASH	Aluminossilicato de Cálcio Hidratado
CCA	Cinza de Casca de Arroz
CC	Cal de Carbureto
CEME-SUL	Centro de Microscopia Eletrônica
CIMNE	Centro Internacional de Métodos Numéricos em Engenharia
CPI	Cimento Portland Convencional
CPIV	Cimento Portland Pozolânico
CP ou CPV	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial
CPT	<i>Cone Penetration Test</i>
CSH	Silicato de Cálcio Hidratado
CT	Resíduos granulares
DRX	Difratometria de Raios-X
EDS	Detector de Energia Dispersiva
FRX	Espectrometria de Fluorescência de Raios-X
FT	Resíduos finos
FURG	Universidade Federal do Rio Grande
HRT	Resíduos de rocha dura
IBRAM	Instituto Brasileira de Mineração
ICOLD	<i>International Commission On Large Dams</i>
LA	Ligante Álcali-Ativado
LEC	Laboratório de Engenharia Costeira
LGC	Laboratório de Geotecnia e Concreto Prof. Cláudio R. R. Dias
MEND	<i>Mine Environment Neutral Drainage</i>
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MSR	Metodologia de Superfície de Resposta

NBR	Norma Brasileira
NRM	Norma Reguladora de Mineração
PPGEC	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
PSCO	Projeto Composto de Segunda Ordem
RCP	Resíduo de Minério de Ferro com Cimento Portland
RLA	Resíduo de Minério de Ferro com Ligante Álcali-Ativado
RMF	Resíduo de Minério de Ferro
SOSBAI	Sociedade Sul-Brasileira de Arroz Irrigado
SH	Hidróxido de Sódio
SPT	<i>Standard Penetration Test</i>
SS	Silicato de Sódio
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UFT	Resíduos ultrafinos
USACE	<i>U. S. Army Corps of Engineers</i>
USGS	<i>U. S. Geological Survey</i>
WISE	<i>World Information Service on Energy Uranium Project</i>

## LISTA DE SÍMBOLOS

a/c	Teor de massa de água por agente aglomerante seco
Al	Alumínio
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de alumínio - Alumina
B	Teor de agente aglomerante
C	Carbono
Ca	Cálcio
CaC <sub>2</sub>	Carbureto de cálcio
CaCO <sub>3</sub>	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
Ca(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de cálcio
CC/PR	Teor em massa de cal por precursor
D	Coefficiente de ajuste da relação entre $q_{(u\ ou\ t)}$ e $\eta/B_{iv}$
E	Coefficiente de ajuste da relação entre $q_{(u\ ou\ t)}$ e $\eta/B_{iv}$
Fe	Ferro
G	Coefficiente de ajuste da relação entre $q_u$ e $PMA$
$\gamma_d$	Peso específico aparente seco
H	Coefficiente de ajuste da relação entre $q_u$ e $PMA$
H <sub>2</sub> O	Água
$\eta/B_{iv}$	Índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante
$\eta/C_{iv}$	Índice porosidade por teor volumétrico de cimento
k	Número de variáveis controláveis
K	Potássio
KOH	Hidróxido de potássio
K <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	Silicato de potássio
M	Coefficiente de ajuste da relação entre $PMA$ e $\eta/B_{iv}$
M <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Carbonato alcalino
M <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sulfato alcalino
Mg	Magnésio
Ms	Módulo de sílica
n	Coefficiente de ajuste do teor volumétrico de agente aglomerante
N	Coefficiente de ajuste da relação entre $PMA$ e $\eta/B_{iv}$

Na	Sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
Na <sub>2</sub> O	Óxido de sódio
%Na <sub>2</sub> O	Teor em massa de óxidos de sódio por precursor
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	Silicato de sódio
O	Oxigênio
OH <sup>-</sup>	Hidroxila
PMA	Perda de massa acumulada
PMA/PMA(▽)	Perda de massa acumulada normalizada
PMI	Perda de massa individual
q <sub>u</sub>	Resistência à compressão simples
q <sub>u</sub> /q <sub>u</sub> (▽)	Resistência à compressão simples normalizada
q <sub>t</sub>	Resistência à tração na compressão diametral
q <sub>t</sub> /q <sub>t</sub> (▽)	Resistência à tração na compressão diametral normalizada
Si	Silício
SiO <sub>2</sub>	Óxido de silício – Sílica
t <sub>c</sub>	Temperatura de cura
t <sub>p</sub>	Tempo de pega
T	Tempo de cura
UR	Umidade relativa
W	Molalidade
w	Teor de umidade
X	Representação estatística da primeira variável controlável
Y	Representação estatística da segunda variável controlável
Z	Representação estatística da terceira variável controlável

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>21</b>
1.1 PROBLEMÁTICA ATUAL E RELEVÂNCIA DA PESQUISA.....	21
1.2 PROBLEMA DA PESQUISA .....	23
1.3 OBJETIVOS .....	24
1.3.1 Objetivo geral.....	24
1.3.2 Objetivos específicos .....	24
1.4 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO.....	25
<b>2 REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO .....</b>	<b>26</b>
2.1 MINÉRIO DE FERRO .....	26
2.1.1 Reservas e produção de minério de ferro.....	26
2.1.2 Processo de beneficiamento e geração de resíduos .....	27
2.2 RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO.....	33
2.2.1 Definição da nomenclatura .....	33
2.2.2 Conceito .....	34
2.2.3 Classificação dos resíduos de mineração .....	34
2.2.4 Processos de disposição .....	36
2.2.5 Propriedades geotécnicas .....	38
2.2.6 Casos de liquefação em barragens de resíduos de mineração .....	43
2.3 TÉCNICAS DE ESTABILIZAÇÃO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS..	52
2.3.1 Estabilização físico-química com cimento .....	54
2.3.2 Estabilização química com ligantes álcali-ativados.....	60
2.4 ASPECTOS GERAIS SOBRE A GERAÇÃO E A UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS COM POTENCIAL DE AGENTES PRECURSORES.....	68
2.4.1 Geração e reciclagem de cinza de casca de arroz .....	69
2.4.2 Geração e reciclagem de cal de carbureto.....	71

<b>3 PROGRAMA EXPERIMENTAL .....</b>	<b>72</b>
3.1 MATERIAIS .....	72
3.1.1 Resíduo de minério de ferro .....	72
3.1.2 Cinza de casca de arroz .....	78
3.1.3 Cal de carbureto .....	83
3.1.4 Cimento Portland de alta resistência inicial .....	88
3.1.5 Hidróxido de sódio .....	90
3.1.6 Silicato de sódio .....	90
3.2 METODOLOGIA DE PESQUISA.....	91
3.2.1 Etapa 1 .....	93
3.2.2 Etapa 2.....	94
3.2.3 Etapa 3.....	96
3.2.4 Etapa 4.....	99
3.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS .....	99
3.3.1 Análise granulométrica .....	99
3.3.2 Peso específico real dos grãos.....	100
3.3.3 Ensaio Proctor de compactação .....	100
3.3.4 Consistência normal .....	100
3.3.5 Tempos de pega.....	101
3.3.6 Resistência à compressão simples .....	101
3.3.7 Resistência à tração na compressão diametral.....	103
3.3.8 Durabilidade .....	103
3.3.9 Difractometria de raios X .....	104
3.3.10 Microscopia eletrônica de varredura .....	104
<b>4 LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO .....</b>	<b>105</b>
4.1 PROCESSO DE OTIMIZAÇÃO DO LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO ...	105
4.1.1 Projeto fatorial $2^k$ com ponto central .....	105
4.1.2 Projeto composto de segunda ordem .....	109
4.2 CONSISTÊNCIA NORMAL E TEMPO DE PEGA .....	117

<b>5 COMPORTAMENTO MECÂNICO DE MISTURAS RESÍDUO-AGENTE AGLOMERANTE.....</b>	<b>118</b>
5.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO SIMPLES.....	120
5.2 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA COMPRESSÃO DIAMETRAL .....	128
5.3 DURABILIDADE.....	133
5.4 CORRELAÇÕES COM O ÍNDICE POROSIDADE POR TEOR VOLUMÉTRICO DE AGENTE AGLOMERANTE.....	137
5.4.1 Correlação entre $q_u$ e índice $\eta/B_{iv}$ .....	138
5.4.2 Correlação entre $q_t$ e índice $\eta/B_{iv}$ .....	143
5.4.3 Correlação entre $PMA$ e índice $\eta/B_{iv}$ .....	147
5.5 CORRELAÇÕES ENTRE PARÂMETROS MECÂNICOS .....	154
5.5.1 Correlação entre $q_u$ e $q_t$ .....	155
5.5.2 Correlação entre $q_u$ e $PMA$ .....	159
<b>6 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>161</b>
6.1 CONCLUSÕES.....	161
6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	165
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>166</b>



# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 PROBLEMÁTICA ATUAL E RELEVÂNCIA DA PESQUISA

A mineração é descrita como uma atividade econômica e industrial que consiste na pesquisa, exploração, lavra (*i.e.*, extração de metais) e beneficiamento de minérios presentes na crosta terrestre (LUZ & LINS, 2018). Tem fundamental importância no desenvolvimento de países que detêm reservas minerais exploráveis, produzindo riquezas, gerando empregos e movimentando a economia (BEDIN, 2010; TOMASI, 2018).

O Brasil evidencia-se como um dos principais extratores mundiais de minérios, registrando a produção de cerca de 83 substâncias, tendo para destaque ferro, alumínio, ouro, granito e calcário, sendo estes responsáveis por 70% do valor total da produção mineral do país (AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO – ANM, 2020). A Figura 1.1 apresenta um mapa ilustrativo com a localização das principais reservas minerais brasileiras.

Porém, mesmo com os aspectos econômicos e sociais positivos supracitados, cabe destacar o impacto ambiental causado pela atividade mineradora. Tais impactos têm forte ligação com o fato de que a mineração tem geração de elevados volumes de resíduos, devido à baixa concentração de minerais de valor associados aos minerais brutos, tais quais necessitam de bons processos de gerenciamento (TOMASI, 2018).

Os resíduos originários da atividade mineração necessitam de um grande cuidado quanto à sua disposição, pois verifica-se, comumente, a presença de elementos tóxicos e nocivos ao meio ambiente (HUA *et al.*, 2017). São verificadas diversas técnicas de disposição de resíduos de mineração na literatura, porém a disposição em barragens de contenção recebe destaque como a metodologia mais difundida no país atualmente (INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO – IBRAM, 2016).

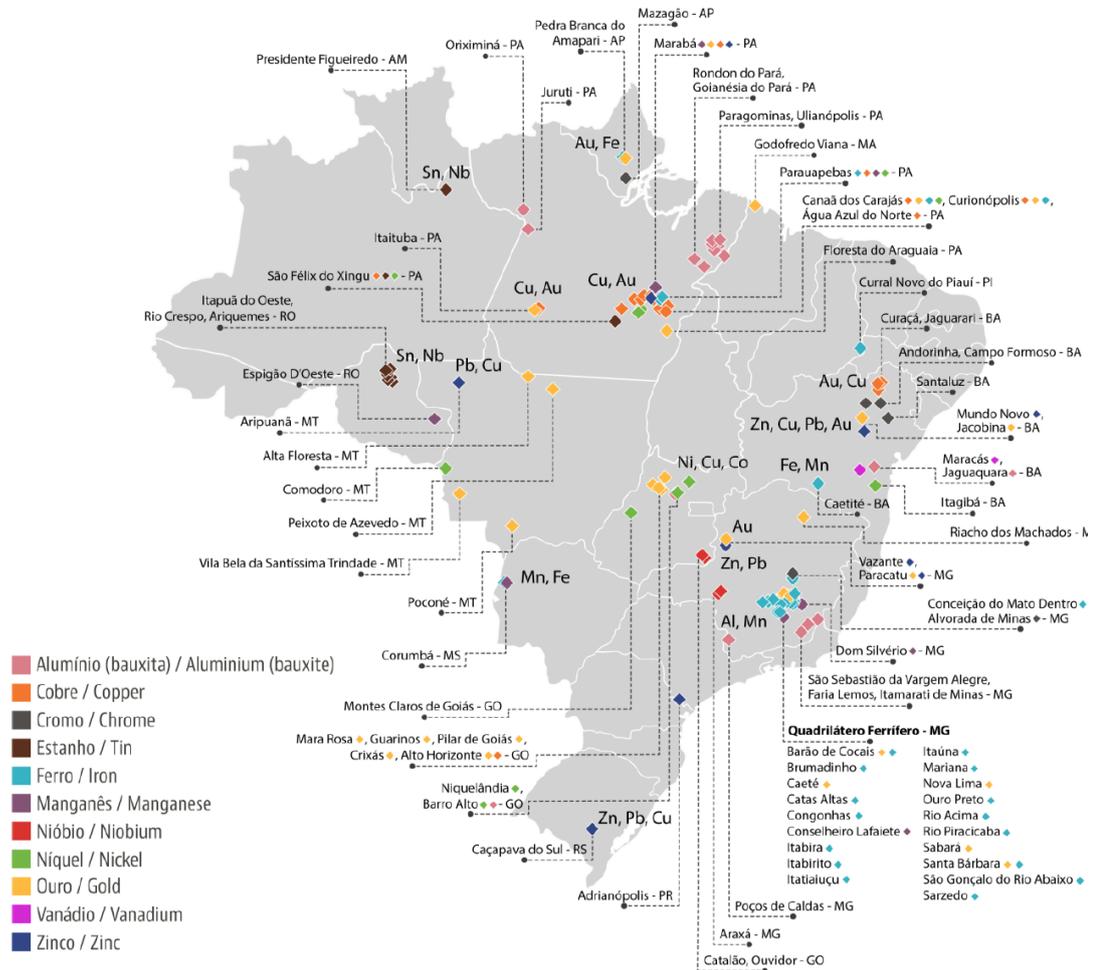


Figura 1.1 – Localização das principais reservas minerais brasileiras (ANM, 2020)

Devido ao elevado volume suportado pelas barragens de contenção de resíduos, faz-se necessário um conhecimento do comportamento geotécnico e hidráulico, não somente dos materiais constituintes da estrutura, como também dos resíduos dispostos. Este entendimento tem a finalidade de garantir a segurança da construção (DUCHESNE & DOYE, 2005).

Eventos brasileiros recentes, como o rompimento da barragem do Fundão da Mina de Mariana e da barragem I da Mina do Córrego do Feijão, constatarem os impactos sociais, ambientais e econômicos ocasionados pelas falhas destas estruturas (MORGENSTERN *et al.*, 2016; ROBERTSON *et al.*, 2019). Os incidentes supracitados mostram a necessidade do desenvolvimento de novas técnicas de destinação destes resíduos, de modo a encontrar soluções que tragam contribuições ambientais, sociais e econômicas.

Neste contexto, chama-se atenção para a possibilidade do uso de técnicas de estabilização destes resíduos de mineração, buscando o melhoramento das propriedades geomecânicas para uma disposição com maior segurança (BRUSCHI, 2020; CONSOLI *et al.*, 2022).

A técnica de estabilização de materiais geotécnicos a partir do uso de aditivos químicos não é recente, sendo uma solução apontada por diversos autores (INGLÊS & METCALF, 1972; CONSOLI *et al.*, 2013, 2016, 2019, 2021, 2022; VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009; RUVEN *et al.*, 2013; TOMASI, 2018) para melhoramento das características físicas, químicas e mineralógicas. Neste contexto tecnológico, destaca-se o uso de cimentos e/ou cales, como agentes cimentantes comumente verificados na literatura.

Recentemente, os ligantes álcali-ativados têm tomado destaque como material aglomerante alternativo, por apresentarem menores impactos ambientais, menores gastos energéticos e baixas emissões de gás carbônico, mantendo resposta mecânica semelhante ou, por vezes, superior a materiais comerciais (*e.g.*, cimento e/ou cal) (PROVIS, 2006; SOFI *et al.*, 2007). Verifica-se que este fenômeno é devido a possibilidade de desenvolvimento de agentes aglomerantes alternativos a partir de resíduos domésticos e/ou industriais (*e.g.*, cinza volante, cinza de casca de arroz, cinza de bagaço de cana-de-açúcar, vidro moído, resíduos de cerâmica, cal de carbureto e cal de casca de ovo) (CRISTELO *et al.*, 2011, 2013; FLATT *et al.*, 2012; RIOS *et al.*, 2016; CORRÊA-SILVA *et al.*, 2020; MIRANDA *et al.*, 2020; BRUSCHI, 2020; LOTERO, 2020; MARTINATTO, 2021; MONCALEANO, 2021). Sendo assim, indica-se a possibilidade de melhoramento das propriedades geotécnicas de resíduos de mineração a partir do uso de aditivos químicos convencionais e/ou alternativos.

## 1.2 PROBLEMA DA PESQUISA

Com base no observado na literatura, o presente estudo busca responder à questão: “Qual o comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro quando submetido a estabilização por meio de agentes aglomerantes tradicional (cimento) e alternativo (ligante álcali-ativado)?”

## 1.3 OBJETIVOS

### 1.3.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo é avaliar e comparar o comportamento mecânico de um resíduo de minério de ferro com adição de distintos agentes aglomerantes comercial e alternativo, sendo este último um ligante álcali-ativado formado por materiais residuais e soluções alcalinas.

### 1.3.2 Objetivos específicos

Partindo do objetivo geral e do problema proposto neste estudo, os seguintes objetivos específicos são estabelecidos:

- a) Avaliar as características físicas, químicas e mineralógicas do resíduo de minério de ferro, da cinza de casca de arroz e da cal de carbureto;
- b) Analisar o comportamento mecânico em ligantes álcali-ativados com diferentes teores de precursores e de soluções ativadoras;
- c) Determinar, com base em um projeto de experimentos, a dosagem de precursores e soluções ativadoras que maximizem a resposta mecânica das pastas álcali-ativadas;
- d) Averiguar e comparar o comportamento reológico do ligante álcali-ativado dosado com agentes cimentantes tradicionais;
- e) Avaliar o comportamento mecânico e as reações químicas formadas em misturas de resíduo de minério de ferro e diferentes agentes aglomerantes em diferentes condições de moldagem e tempos de cura, visando uso como solução geotécnica alternativa;
- f) Verificar, com base em um projeto de experimentos, a influência da porosidade, do tempo de cura, do teor e do tipo de agente aglomerante no desempenho de resistência e durabilidade de misturas de resíduo de mineração com diferentes agentes cimentantes;
- g) Verificar a viabilidade de correlação da resposta de resistência e durabilidade com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{IV}$ ).

## 1.4 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

A presente pesquisa é estruturada em seis capítulos:

- a) Primeiro capítulo: Composto, inicialmente, pela introdução ao tema, que delimita, de forma breve, o conceito de resíduo de minério de ferro e de ligantes álcali-ativados. Posteriormente, tem-se a apresentação da temática, a descrição do objetivo geral e dos objetivos específicos e, por fim, a estrutura da dissertação.
- b) Segundo capítulo: Constituído pelo referencial bibliográfico, que explicita com detalhes os conceitos trabalhados na pesquisa, de forma a obter uma base sólida para a discussão dos resultados e conclusões obtidas.
- c) Terceiro capítulo: Formado pelo programa experimental utilizado para atingir os objetivos propostos. Também são definidas as variáveis envolvidas no estudo (controláveis, fixas e respostas), descritos os materiais empregados e apresentados os procedimentos para a realização dos ensaios.
- d) Quarto capítulo: Composto pelo estudo do ligante álcali-ativado, verificando a influência dos teores de materiais precursores e soluções alcalinas na resposta mecânica da pasta cimentante. Por fim, têm-se a definição da magnitude das variáveis controláveis necessárias para maximização da resposta mecânica do ligante álcali-ativado.
- e) Quinto capítulo: Formado pela apresentação dos resultados de resistência e durabilidade das misturas de resíduo de mineração com distintos agentes aglomerantes. Subsequente, têm-se o desenvolvimento de correlação dos parâmetros mecânicos supracitados com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{IV}$ ).
- f) Sexto capítulo: Constituído pelas conclusões e considerações finais acerca dos resultados obtidos no estudo. Por fim, são realizadas sugestões de trabalhos futuros que venham a contribuir com lacunas não preenchidas no presente trabalho.

## 2 REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO

Neste capítulo encontra-se a revisão de literatura sobre as principais temáticas abordadas neste estudo, permitindo um entendimento dos conceitos de minério de ferro, do processo de beneficiamento responsável pela geração dos resíduos de mineração, da estabilização química de materiais geotécnicos e da utilização de resíduos para formação de agentes aglomerantes.

### 2.1 MINÉRIO DE FERRO

O minério de ferro é definido como qualquer rocha ou mineral do qual é economicamente viável a extração do ferro. O ferro é o quarto elemento mais abundantes da crosta terrestre, compondo aproximadamente 5% (em massa) e sendo utilizado cerca de 99% na fabricação de aço e ferro fundido. Os principais minerais que contém ferro são: hematita ( $\text{Fe}_2\text{CO}_3$ ), magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), goethita ( $\text{FeO.OH}$ ), siderita ( $\text{FeCO}_3$ ) e limonita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3.\text{H}_2\text{O}$ ) (WILLS & NAPIER-MUNN, 2006; LUZ *et al.*, 2018a).

#### 2.1.1 Reservas e produção de minério de ferro

O Brasil figura como um dos maiores produtores de minério de ferro no mundo, devido ao número de reservas, a capacidade de produção e pelos altos teores de ferro das jazidas (SANT'ANA FILHO *et al.*, 2017. O *U. S. Geological Survey* – USGS (2021) indica que as reservas mundiais de minério bruto e teor de ferro somam cerca de 180 e 84 bilhões de toneladas métricas, respectivamente. Em nível nacional verificam-se cerca de 34 bilhões de toneladas métricas de minério bruto e 15 bilhões de toneladas métricas de teor de ferro, representando, aproximadamente, 19% do minério bruto e 18% do teor de ferro presente na crosta terrestre. A Figura 2.1 apresenta dados de 2020 das reservas de minério bruto e teor de ferro para diversos países (USGS, 2021).

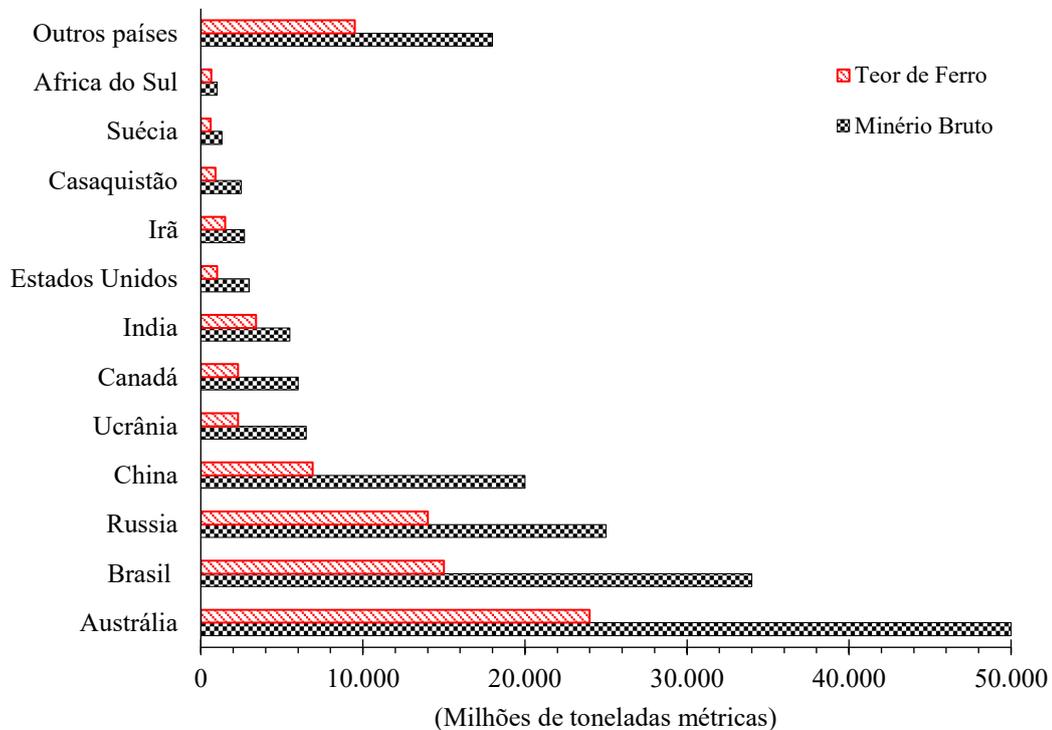


Figura 2.1 – Reservas mundiais de minério de ferro (adaptado de USGS, 2021)

Em âmbito mundial, a Austrália, o Brasil e a Rússia lideram como os maiores produtores de minério de ferro, detendo grande parte das reservas. No Brasil a indústria de minério de ferro tem grande importância na economia, tendo os estados de Minas Gerais e do Pará como maiores produtores (ANM, 2020). O Anuário Mineral Brasileiro (ANM, 2020) destaca que, no ano de 2019, o minério de ferro representou cerca de 70% do valor total de exportações, tendo como principais parceiros comerciais a China e os Estados Unidos.

### 2.1.2 Processo de beneficiamento e geração de resíduos

O minério bruto não se encontra em um estado suficientemente puro para utilização industrial, sendo assim é necessário o emprego de processos de beneficiamento ou tratamento do material (BEZERRA, 2017). O beneficiamento de minérios compreende o conjunto de operações que visam modificar a granulometria, a concentração relativa dos espécimes minerais presentes ou a forma por métodos físicos ou químicos, mas sem alteração da constituição química dos minerais (NORMA REGULADORA DE MINERAÇÃO – NRM 18, 2001; LUZ *et al.*, 2018a).

A Figura 2.2 apresenta um fluxograma simplificado de beneficiamento de minérios.

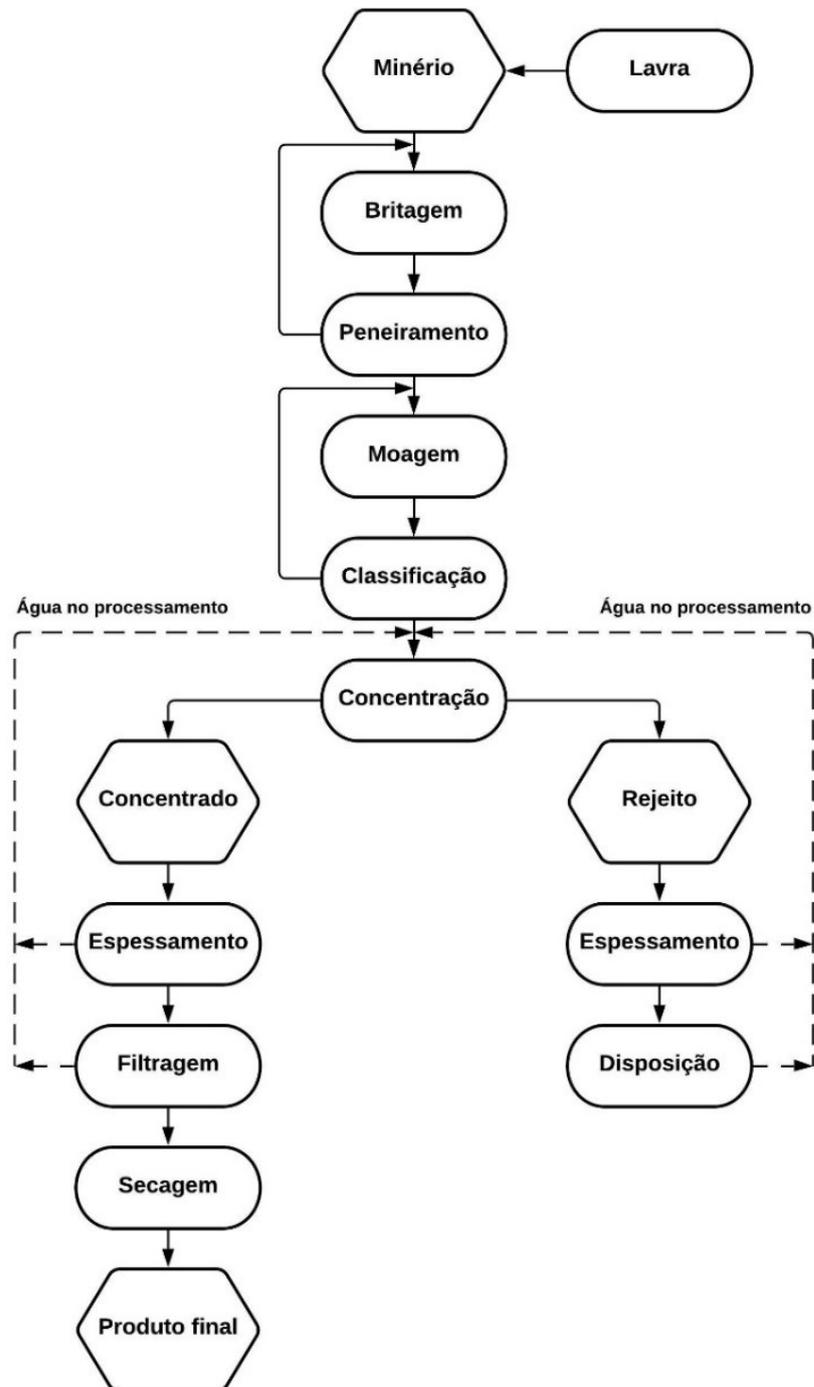


Figura 2.2 – Fluxograma simplificado de beneficiamento de minérios (LUZ & LINS, 2018)

Luz *et al.* (2018a) destacam que as operações de concentração (separação seletiva de minerais) têm embasamento nas diferenças de propriedades entre o mineral-minério (*i.e.*, o mineral de interesse) e os minerais de ganga (*i.e.*, mineral ou conjunto de minerais não aproveitados de um minério). O termo concentração tem como definição a remoção da maior parte da ganga, presente em alta proporção no minério, enquanto que o termo purificação consiste na remoção dos minerais contaminantes que ocorrem em pequena proporção no minério.

Luz e Lins (2018) explicam que o minério bruto, procedente da frente de lavra de uma mina, é submetido às seguintes operações:

- a) Cominuição;
- b) Peneiramento e classificação;
- c) Concentração;
- d) Desaguamento e secagem do concentrado;
- e) Desaguamento e disposição do rejeito.

#### 2.1.2.1 Cominuição

Sampaio e Delboni Júnior (2018) definem a cominuição (também nomeada de fragmentação) como um processo controlado de desintegração de matérias primas, para maior efetividade nos processos posteriores. Na indústria mineral, a cominuição é responsável por uma parcela significativa do consumo de energia, sendo a relação entre consumo de energia e unidade de massa crescente em função da diminuição do tamanho do produto gerado.

A etapa de cominuição é fundamental na eficiência do processo de beneficiamento, pois a separação de partículas já desintegradas evita uma fragmentação desnecessária e, com isso, uma diminuição no consumo de energia. A fragmentação adicional acaba por ser deletéria ao desempenho de etapas posteriores à cominuição, pois afeta diretamente a etapa de concentração que tem sua efetividade diminuída com a redução do tamanho das partículas da matéria prima (SAMPAIO & DELBONI JÚNIOR, 2018).

Os circuitos industriais de cominuição são elaborados em estágios sucessivos, com a finalidade de estabelecer processos de fragmentação e separação de partículas que atendam as especificações da cadeia de beneficiamento. Sendo assim, dentro do circuito industrial, a cominuição é dada a partir de processos de britagem e moagem.

Luz *et al.* (2018b) especificam que o processo de fragmentação ocorre para faixas amplas de granulometria (1000 a 10 mm), tendo em vista que a liberação do mineral valioso é diretamente ligada a redução granulometria do minério bruto. Os autores destacam ainda que a operação de fragmentação é realizada por meio de três estágios, sendo, grossa, intermediária e fina, sendo esta última nomeada também de moagem. Para os dois primeiros estágios, a fragmentação é desenvolvida em britadores, enquanto que o último estágio, é executado em moinhos.

#### 2.1.2.2 Peneiramento e classificação

No tratamento de minérios as etapas que envolvem classificação e peneiramento apresentam o objetivo comum de separação de um material em duas ou mais frações, com partículas de tamanhos distintos. A principal diferença entre as etapas é dada, pois no peneiramento a separação leva em conta o tamanho geométrico das partículas, enquanto que na classificação a separação é realizada com base no conceito da velocidade em que os grãos atravessam um meio fluído (CORREIA & COUTO, 2018).

O peneiramento é dado pela separação de um material em duas ou mais classes, onde o material retido é denominado *oversize* e o material passante é denominado *undersize*. Os peneiramentos industriais podem ser executados em um processo a seco ou a úmido, de acordo com a granulometria que está sendo tratada. O processo de peneiramento industrial a seco é realizado normalmente para frações granulométricas de até 6 mm, enquanto que peneiramento a úmido é aplicado para até 0,4 mm. O uso de água na etapa de peneiramento facilita a passagem das partículas finas na tela de peneiramento (CORREIA & COUTO, 2018).

Os processos de classificação são realizados para materiais de granulometria muito fina, sendo executados a partir de processos de sedimentação. O meio fluído mais comum a ser utilizado no processo de classificação é a água (CORREIA & COUTO, 2018).

### 2.1.2.3 Concentração

A etapa de concentração é definida como a fase do beneficiamento em que ocorre a separação dos minerais-minério da ganga. Para que esta etapa apresente elevado rendimento é necessário que os minerais de interesse não estejam agregados a ganga, ou seja, as etapas de cominuição, peneiramento e classificação devem apresentar boa eficiência (SOUZA, 2013). Ao final da etapa de concentração são verificados dois materiais com diferentes características, sendo: (i) concentrado; e (ii) resíduo. No Brasil, segundo Gomes (2009), os métodos utilizados para concentração de minérios de ferro são a concentração gravítica, separação magnética e flotação.

Lins (2018) destaca que a concentração gravítica é o processo no qual partículas de diferentes densidades, tamanhos e formas são separadas por ação da força da gravidade ou por forças centrífugas. Segundo o autor, este método é um dos mais antigos a serem utilizados.

A separação magnética é um método amplamente utilizado na área de processamento de minérios para concentração de muitas substâncias minerais, sendo comumente empregada na concentração de minerais ferrosos. Esta técnica apresenta baixo impacto ambiental, podendo ser utilizada tanto a seco quanto a úmido, viabilizando seu uso tanto em regiões áridas quanto em regiões onde há disponibilidade de água (SAMPAIO *et al.*, 2018).

O processo de flotação se baseia no comportamento físico-químico das superfícies das partículas minerais numa suspensão aquosa (polpa) (CHAVES *et al.*, 2018). O uso de reagentes específicos permite a recuperação seletiva de minerais de interesse por absorção de bolhas de ar, sendo um tratamento dominante no beneficiamento de grande parte dos minérios, em função da sua grande versatilidade e seletividade (SOUZA, 2013).

### 2.1.2.4 Desaguamento

O processo de desaguamento tem como função retirar parte da água contida no concentrado e no rejeito, para a obtenção de produtos de baixa umidade e para reuso desta água no fluxograma de beneficiamento mineral (FRANÇA & MASSARANI, 2018). Este procedimento objetiva gerar um concentrado pronto para ser utilizado como produto final e um rejeito com menor umidade para ser, posteriormente, disposto com maior segurança.

Segundo Luz e Lins (2018), as operações de desaguamento utilizadas para o concentrado são comumente o espessamento, a filtração e a secagem, enquanto que para o rejeito é normalmente adotado somente o espessamento antes da disposição final.

O espessamento é um processo de desaguamento amplamente utilizado, que tem como base a diferença entre as densidades dos constituintes de uma suspensão. França e Massarani (2018) classificam os sedimentadores em dois tipos, de acordo com o produto de interesse:

- a) Espessadores: Produto final sólido denso e com altas concentrações de sólidos;
- b) Clarificadores: Produto de interesse o líquido sobrenadante e com baixas concentrações de sólidos.

Os autores destacam ainda que os espessadores são os mais adotados industrialmente, sendo largamente utilizados com as seguintes finalidades:

- a) Obtenção de polpas com concentrações de acordo com o uso subsequente;
- b) Espessamento de rejeitos com concentração de sólidos elevada;
- c) Recuperação de água para reciclagem industrial;
- d) Recuperação de sólidos ou solução de operações de lixiviação.

Segundo França e Massarani (2018), o processo de filtração pode ocorrer de duas formas:

- a) A colmatação com percolação forçada de uma polpa mineral através de uma matriz rígida porosa que retém as partículas sólidas;
- b) Partículas acumulando-se no exterior do meio filtrante, formando um leito de partículas, que recebe o nome de torta.

O procedimento de secagem é utilizado para atingir um nível de umidade baixo, através da evaporação da água por ação do calor. Este processo torna-se relativamente oneroso, pois os sólidos e água devem ser aquecidos para que haja efetividade na evaporação.

## 2.2 RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO

### 2.2.1 Definição da nomenclatura

A Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 (BRASIL, 2010) define o conceito de resíduos e rejeitos sólidos como elementos resultantes das atividades humanas, cujas características não permitem que sejam dispostos em rede pública de esgoto ou em corpos de água. Entretanto, o termo que diferencia ambos é dado em função da possibilidade ou não de reutilização, sendo:

- a) Resíduos sólidos: A destinação adequada deve incluir processos de reutilização, compostagem, reciclagem, recuperação e aproveitamento energético;
- b) Rejeitos sólidos: Elementos cuja destinação final seja unicamente disposição ambientalmente adequada, não havendo possibilidades de reciclagem ou reutilização, devido ao esgotamento do tratamento e/ou recuperação através de meios tecnológicos economicamente viáveis.

Na indústria da mineração, a Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 (BRASIL, 2010) classifica como resíduo de mineração os materiais gerados na atividade de pesquisa, extração ou beneficiamento de minérios.

De um modo geral, na literatura os materiais resultantes do processo de beneficiamento do minério de ferro são identificados tanto como resíduos (BEDIN; 2010; NIERWINSKI, 2013; BEZERRA, 2017; TOMASI, 2018) quanto rejeitos (ESPÓSITO, 2000; ARAÚJO, 2006; SOSNOSKI, 2016; LUZ *et al.*, 2018a). É possível destacar, que o termo se confunde no meio técnico, sendo comumente adotada a mesma definição para ambas nomenclaturas.

No presente trabalho, será seguida a nomenclatura estabelecida pela Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 (BRASIL, 2010), adotando o termo como resíduo de mineração, devido a viabilidade técnica, econômica e ambiental da reciclagem e reaproveitamento deste material, com base em estudos de aplicação na engenharia rodoviária (BASTOS *et al.*, 2016), como agregado fino para concretos (ZHAO *et al.*, 2014; CHINNAPPA & KARRA., 2020) ou como material geotécnico estabilizado (ETIM *et al.*, 2017; CORREIA *et al.*, 2019).

### 2.2.2 Conceito

Resíduos de mineração podem ser definidos como uma combinação de materiais sólidos resultantes de processos químicos e físicos envolvidos na extração de metais e minerais recuperáveis, juntamente com água utilizada no método de beneficiamento (SOARES, 2018). Sua constituição é caracterizada pela presença de uma fração líquida e sólida, com concentração de 30% a 50% em peso (SONOSKI, 2016; TOMASI, 2018).

Araújo (2006) destaca que as propriedades físico-químicas e mineralógicas de resíduos de mineração variam de acordo com o tipo de minério extraído, método de beneficiamento e tratamento químico recebido. Estas características fazem com que os resíduos de mineração possam apresentar propriedades geotécnicas distintas dos solos naturais.

A heterogeneidade observada nos resíduos de mineração explicita a dificuldade em prever o comportamento físico-químico, como, comumente, é realizado para materiais geotécnicos convencionais. Neste contexto, diversos autores desenvolveram classificações destes materiais não convencionais, de modo a tentar facilitar o reconhecimento sem uso de técnicas avançadas.

### 2.2.3 Classificação dos resíduos de mineração

Gomes (2004) relata que os resíduos de mineração podem ser classificados quanto a consistência e ao teor de sólidos, sendo:

- a) Resíduo em polpa: Resíduo bombeável com baixo teor de sólidos e alto teor de umidade;
- b) Resíduo espessado: Resíduo parcialmente desaguado com consistência semelhante a polpa e com possibilidade de transporte por bombeamento;
- c) Resíduo em pasta: Resíduo semelhante ao espessado, porém com consistência de pasta que não apresenta fluidez natural e não drena elevadas quantidades de água;
- d) Resíduo filtrado úmido: Resíduo não bombeável com aspecto saturado;
- e) Resíduo filtrado seco: Resíduo não bombeável com grau de saturação entre 70 e 85%.

Espósito (2000) explicita que os resíduos de mineração podem ser classificados quanto a sua granulometria, sendo: (i) resíduos granulares: granulometria grossa com partículas maiores que 74  $\mu\text{m}$ ; e (ii) lama: granulometria fina com partículas menores que 74  $\mu\text{m}$ . É comum que estes materiais apresentem tamanhos de grão na faixa de 1 a 600  $\mu\text{m}$  tendo formato de partículas angular a sub angular (TOMASI, 2018).

De forma mais complexa, McLeod e Bjelkevik (2017) apresentam uma classificação para resíduos de mineração conforme a granulometria, estabelecendo comparativos com solos convencionais, conforme descrito na Tabela 2.1 e indicado na Figura 2.3.

Tabela 2.1 – Classificação de resíduos de mineração (adaptado de MCLEOD & BJELKEVIK, 2017)

<b>Classe do resíduo</b>	<b>Símbolo</b>	<b>Comparativo</b>
Resíduos granulares ( <i>Coarse tailings</i> )	CT	Areia siltosa não plástica
Resíduos de rocha dura ( <i>Hard rock tailings</i> )	HRT	Silte arenoso
Resíduos de rochas alteradas ( <i>Altered rock tailings</i> )	ART	Silte arenoso com presença de partículas de argila
Resíduos finos ( <i>Fine tailings</i> )	FT	Argila siltosa altamente plástica com densidade e condutividade hidráulica baixas
Resíduos ultrafinos ( <i>Ultra fine tailings</i> )	UFT	Argila siltosa altamente plástica com densidade e condutividade hidráulica muito baixas

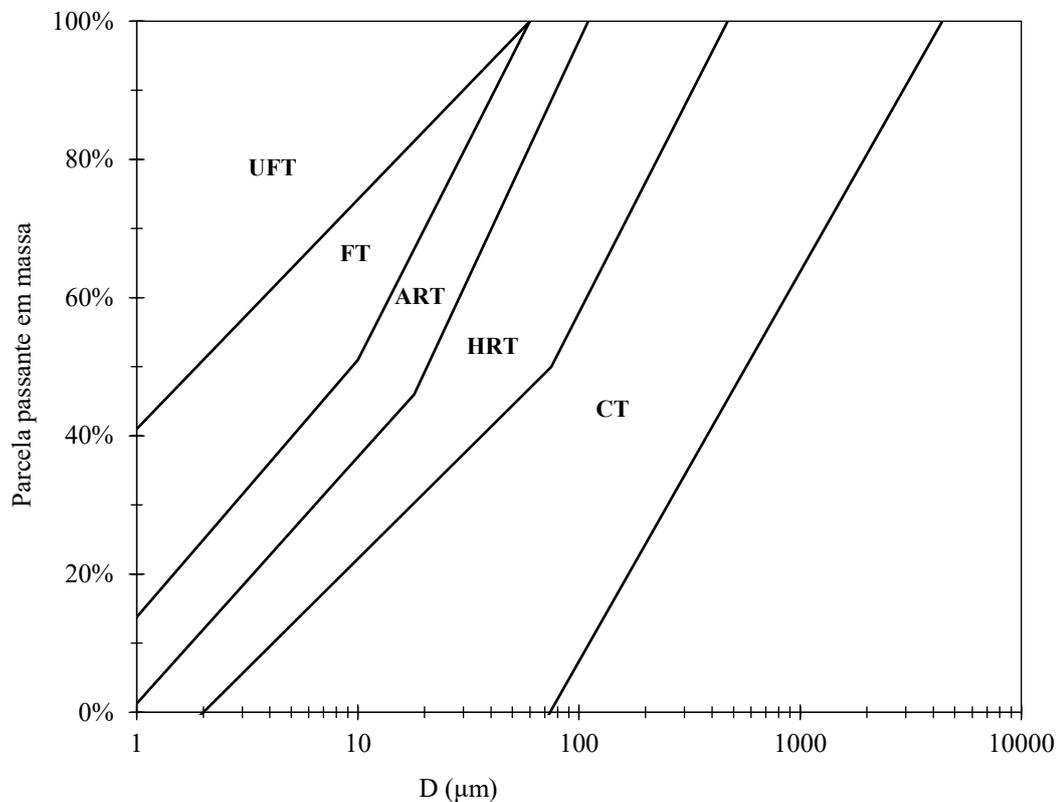


Figura 2.3 – Classificação de resíduos da mineração com base na distribuição granulométrica (adaptado de MCLEOD & BJELKEVIK, 2017)

#### 2.2.4 Processos de disposição

O IBRAM (2016) destaca que os processos de disposição de resíduos de minérios apresentaram uma evolução ao longo da história. No Brasil, a cerca de 300 anos, a geração de resíduos e os impactos ambientais decorrentes de sua disposição eram considerados desprezíveis, tendo como resultado o descarte direto na natureza. Entretanto, com a Revolução Industrial houve um aumento exponencial na demanda de insumos minerais e, conseqüentemente, um aumento acentuado na geração de resíduos provenientes da exploração mineral, sendo necessário buscar por melhores meios de disposição destes materiais.

Atualmente, diversos países contam com dispositivos legais que garantam a ideal disposição dos resíduos de mineração, evitando práticas ambientalmente incorretas. O IBRAM (2016) destaca que os resíduos de mineração podem ser dispostos em:

- a) Minas subterrâneas;
- b) Em cavas de minas desativadas;
- c) Em pilhas;
- d) Por empilhamento a seco;
- e) Por disposição em pasta;
- f) Em barragens de contenção.

A definição de qual método será adotado tem dependência direta com a natureza do processo de mineração, das condições geológicas e topográficas da região, das características mecânicas dos materiais, do poder de impacto ambiental dos contaminantes dos resíduos e das condições climáticas da região. Carneiro e Fourie (2018) constatam que para o melhor custo-benefício de um determinado método de disposição, é necessário contabilizar corretamente todos os custos envolvidos (*e.g.*, ambientais, sociais, econômicos e associados ao risco).

Atualmente, o processo de disposição de resíduos amplamente utilizado é o resíduo em forma de polpa (teor de sólidos na faixa de 10 à 25%), disposto em barragens de contenção (IBRAM, 2016; TOMASI, 2018). Sendo este, conhecido como método convencional.

As barragens de contenção de resíduos podem ser construídas com a utilização de solos, estéreis, provenientes da etapa da lavra do minério, ou com o próprio resíduo de minério. A disseminação deste tipo de disposição é fortemente ligada a facilidade e economia na execução do projeto (NIERWINSKI, 2019).

É importante salientar que, embora haja um atrativo econômico no uso de barragens de contenção para disposição de resíduos de mineração, o método de construção e as propriedades dos resíduos tornam estes reservatórios passíveis de danos ambientais, principalmente pela baixa recuperação das áreas de disposição (FERNANDEZ-IGLESIAS *et al.*, 2013). Sendo assim, é necessário que haja uma investigação acerca de material contido e um rigoroso controle geotécnico das etapas executivas, a fim de garantir a estabilidade da estrutura.

Ao longo de vida útil de uma barragem de contenção, a adição constante de material faz com que seja necessário o aumento da capacidade de contenção. Nesse caso, são adicionadas novas camadas acima do dique da partida. Esta técnica recebe o nome de alteamento.

As barragens de contenção podem ser alteadas de diferentes formas, cada qual apresentando vantagens e desvantagens do ponto de vista técnico, ambiental, econômico e/ou de risco associado. Os três tipos de alteamento de barragens de contenção existentes são:

- a) Alteamento à jusante;
- b) Alteamento à montante;
- c) Alteamento por linha de centro.

É importante destacar que, para os tipos de alteamento à montante e por linha de centro, parte da base do alteamento é assentada sobre o resíduo de mineração contido. Sendo assim, é de fundamental importância o entendimento das propriedades geotécnicas destes materiais.

### 2.2.5 Propriedades geotécnicas

As propriedades mineralógicas e físico-químicas dos resíduos de minério de ferro constataam a heterogeneidade destes materiais, sendo este comportamento influenciado pelo tipo de ferro mineral, mineralogia da parcela argila, método de beneficiamento e do tratamento químico adotado na extração de concentrado (BEDIN, 2010; HU *et al.*, 2017; NIERWINSKI, 2019). Neste contexto, o resíduo de minério de ferro pode apresentar características distintas para diferentes plantas, em função dos diversos tipos de métodos de tratamentos utilizados.

Bedin (2010) relata que os resíduos de mineração são resultantes de processos físicos e químicos, não havendo necessariamente correlação direta entre a distribuição granulométrica e a composição mineralógica, como ocorre para solos naturais. A autora destaca ainda que tanto a composição química e estrutura cristalina quanto a superfície específica são fatores fundamentais para avaliação do comportamento geotécnico.

Os resíduos de mineração granulares possuem boa capacidade de suporte, alta permeabilidade, baixa compressibilidade e alta resistência ao cisalhamento, tendo sua resposta mecânica fortemente atrelada a resistência friccional, enquanto as lamias geralmente apresentam elevada plasticidade, baixa permeabilidade e alta compressibilidade (HU *et al.*, 2017).

Para que o resíduo de minério de ferro possa ser reciclado integralmente, é necessário compreender as propriedades geomecânicas que impactam em seu uso. Neste cenário, Rezende (2013) destaca-se alguns parâmetros geotécnicos de interesse prático, sendo: (i) parâmetros de resistência e deformabilidade: ângulo de atrito ( $\phi$ ), intercepto coesivo ( $c$ ), módulo de elasticidade ( $E$ ) e coeficiente de Poisson ( $\nu$ ); (ii) parâmetros de compressibilidade: índice de compressão ( $C_c$ ), índice de recompressão ( $C_r$ ), coeficiente de compressibilidade ( $a_v$ ), coeficiente de variação volumétrica ( $m_v$ ) e módulo de deformação volumétrica ( $D$ ); e (iii) características físicas: peso específico ( $\gamma$ ), densidade dos grãos ( $G_s$ ), porosidade ( $\eta$ ), índice de vazios ( $e$ ), teor de umidade natural ( $\omega$ ), limite de liquidez ( $\omega_L$ ) e limite de plasticidade ( $\omega_P$ ).

#### 2.2.5.1 Análise granulométrica

A curva granulométrica de resíduos de minério de ferro é carregada de incertezas, em função da natureza dos minérios processados e das variações dos processos de beneficiamento, não podendo ser definida uma curva característica para estes materiais, sendo no máximo estabelecida uma faixa de variação (VICK, 1983; BEDIN, 2010; NIERWINSKI, 2019).

As curvas granulométricas de resíduos de mineração apresentam alteração quando determinadas a partir de ensaios de sedimentação. Este efeito é verificado devido ao agente dispersor químico provocar aglutinação das partículas de resíduo (SENFTE *et al.*, 2011). Sendo assim, é indicado que a determinação da curva granulométrica seja dada a partir de análise granulométrica à *laser*.

*Mine Environment Neutral Drainage* – MEND (2017) destaca que a distribuição granulométrica de resíduos de mineração tem forte ligação com o tipo de minério, o tipo de alteração, o grau de fragmentação no processo de beneficiamento e a parcela de fração argila.

Em estudos envolvendo resíduos de minério de ferro, diversos pesquisadores (WOLFF *et al.*, 2010; BASTOS *et al.*, 2016; HU *et al.*, 2017; LI; COOP, 2019) verificam diferentes curvas granulométricas, constatando materiais granulares (CT), intermediários (HRT e ART) e/ou finos (FT e UFT). A Figura 2.4 apresenta diversas curvas granulométricas de resíduo de minério de ferro, classificando-as a partir da proposta de McLeod e Bjelkevick (2017).

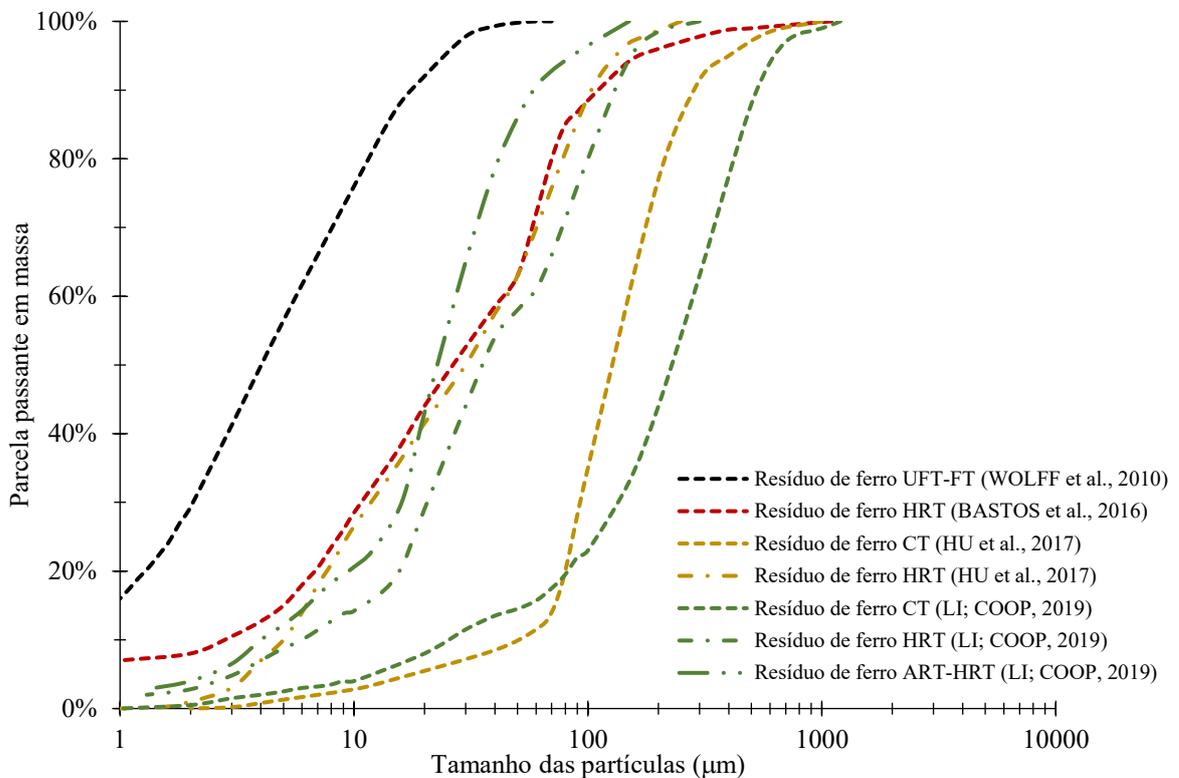


Figura 2.4 – Curvas granulométricas de resíduos de minério de ferro

### 2.2.5.2 Peso específico real dos grãos

O peso específico real dos grãos ( $\gamma_s$ ) é uma característica dos sólidos, sendo definida como a razão entre o peso e o volume das partículas sólidas (PINTO, 2006). Para solos convencionais os valores de peso específico real dos grãos apresentam pequenas variações em função dos minerais constitutivos do solo, sendo verificados na faixa de 25 à 28 kN/m<sup>3</sup> (LAMBE; WHITMAN, 1969; NEVES, 2016).

Os resíduos de mineração, em função da alta presença de óxidos de ferro, comumente apresentam valores de peso específico real dos grãos superiores aos verificados para solos convencionais (HU *et al.*, 2017; LI & COOP, 2019). A Tabela 2.2 destaca o peso específico real dos grãos para diferentes resíduos de minério de ferro encontrados na literatura.

Tabela 2.2 – Peso específico real dos grãos de resíduos de minério de ferro

<b>Origem</b>	<b><math>\gamma_s</math> (kN/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Fonte</b>
Estados Unidos	29,9 – 30,4	Tawil (1997)
Brasil	30,0 – 33,0	Araújo (2006)
Índia	27,7	Ullas <i>et al.</i> (2010)
Brasil	35,5	Bastos <i>et al.</i> (2016)
Nigéria	33,5	Etim <i>et al.</i> (2017)
China	30,8 – 32,3	Hu <i>et al.</i> (2017)
China	31,1 – 33,7	Li e Coop (2019)

Os dados apresentados na Tabela 2.2 destacam uma elevada variação do peso específico real dos grãos para os resíduos de mineração (27,4 a 35,5 kN/m<sup>3</sup>) em comparação ao observado, comumente, para materiais geotécnicos convencionais (25 a 28 kN/m<sup>3</sup>).

### 2.2.5.3 Resistência ao cisalhamento

A ruptura dos solos ocorre, quase sempre, devido ao fenômeno de cisalhamento, onde partículas de solo movem-se ao longo de uma superfície, resultando em grandes deformações. Tal condição pode ser verificada, por exemplo, quando uma sapata de fundação é carregada até a ruptura ou em casos de escorregamento de taludes (PINTO, 2006). Há casos especiais onde podem ocorrer rupturas por tensões de tração ou por quebra dos grãos, sendo esta última condição mais comum para materiais geotécnicos muito frágeis (*e.g.*, areias calcáreas) (NEVES & CALDEIRA, 2018).

Para elaboração de projetos geotécnicos, a resistência ao cisalhamento, que é definida como a máxima tensão de cisalhamento suportada sem que haja ruptura, é comumente avaliada com base em critérios de ruptura. Pinto (2006) relata que o critério de ruptura de Mohr-Coulomb representa satisfatoriamente o comportamento de solos, onde a tensão de cisalhamento na ruptura ( $\tau$ ) é dada em função da coesão ( $c$ ), da tensão normal ( $\sigma$ ) e do ângulo de atrito ( $\phi$ ), conforme indica a Equação 2.1.

$$\tau = c + \sigma * \tan \phi \quad (2.1)$$

Os parâmetros do critério de ruptura de Mohr-Coulomb podem ser definidos com base em ensaios de laboratório (*e.g.*, ensaio de cisalhamento direto, ensaio *simple shear*, ensaio triaxial convencional, ensaio *true triaxial*, ensaio *hollow cylinder*) e/ou por meio de correlações com ensaios de campo (*e.g.*, *Standard Penetration Test* – SPT, *Cone Penetration Test* – CPT).

O conceito de resistência ao cisalhamento também pode ser empregado para resíduos de mineração de forma análoga ao aplicado para solos. Os resíduos de mineração granulares tendem a apresentar intercepto coesivo nulo, com ângulos de atrito efetivos na faixa de 30 à 37 graus, sendo o nível de tensões confinantes um fator determinante para tal verificação. Vick (1983) destaca a baixa influência da densidade relativa no comportamento friccional dos resíduos de mineração, sendo este fenômeno ligado à alta angularidade dos grãos.

#### 2.2.5.4 Liquefação

O fenômeno de liquefação em materiais geotécnicos pode ser definido como uma alteração do estado sólido para um estado fluido (PEREIRA, 2005). Este efeito é verificado para solos saturados submetidos a carregamentos estáticos ou dinâmicos sob condições não drenadas, gerando aumento de poropressão e, conseqüentemente, redução das tensões efetivas.

Nierwinski (2013) relata que a liquefação pode ser classificada em função dos agentes causadores do fenômeno, sendo: (i) liquefação estática devido a um aumento de tensões cisalhantes no solo sob condições não drenadas; e (ii) liquefação dinâmica com ocorrência associada em áreas sísmicas ou sujeitas a grandes vibrações.

De modo sucinto, materiais geotécnicos suscetíveis ao fenômeno de liquefação apresentam características geotécnicas semelhantes como: (i) baixa densidade relativa; (ii) elevado grau de saturação; (iii) baixo teor de finos; (iv) comportamento puramente friccional; e (v) granulometrias na faixa dos siltes a areias grossas (PEREIRA, 2005; NIERWINSKI, 2013).

Neste contexto, é chamada a atenção para os resíduos de mineração que comumente apresentam tais propriedades supracitadas. Para resíduos de minério de ferro, o uso do método de disposição na forma de polpa em barragens de contenção corrobora para tal condição, permitindo que seja verificada a baixa densidade relativa e o elevado grau de saturação.

Os processos geradores destes materiais também auxiliam na suscetibilidade a liquefação, tendo em vista que, devido aos processos de fragmentação, os resíduos de minério de ferro mesmo apresentando partículas na faixa das argilas e siltes, mantém um comportamento puramente friccional (TSUCHIDA, 1970).

O presente trabalho não se propõe a estudar a suscetibilidade a liquefação de resíduo de minério de ferro, sendo assim não será abordada de forma profunda esta temática na revisão. Para uma maior imersão acerca dos parâmetros-chave para compreender a suscetibilidade ao fenômeno de liquefação de materiais geotécnicos indicam-se alguns trabalhos mais completos sobre a temática, sendo: (i) Jefferies e Been (2006); e (ii) Nierwinski (2013).

### 2.2.6 Casos de liquefação em barragens de resíduos de mineração

A granulometria predominantemente fina, a baixa densidade relativa e a elevada saturação fazem com que os resíduos de mineração dispostos em barragens de contenção desempenhem, geralmente, altos riscos de ruptura associados. Segundo o *World Information Service on Energy Uranium Project – WISE* (2021) foram registrados mais de 250 incidentes envolvendo barragens de rejeitos entre os anos de 1917 e 2020.

Dentre as rupturas de barragens de contenção de resíduos de mineração, o fenômeno da liquefação se apresenta como uma das causas mais comum de rupturas destas estruturas, sendo verificados tanto carregamentos estáticos quanto cíclicos.

Outro aspecto que corrobora para incidentes envolvendo barragens de contenção é a método de alteamento adotado. Segundo o *International Commission On Large Dams – ICOLD* (2001), o método de alteamento à montante lidera o número de incidentes de barragens de contenção. A Figura 2.5 apresenta o número de incidentes em função dos diferentes métodos construtivos.

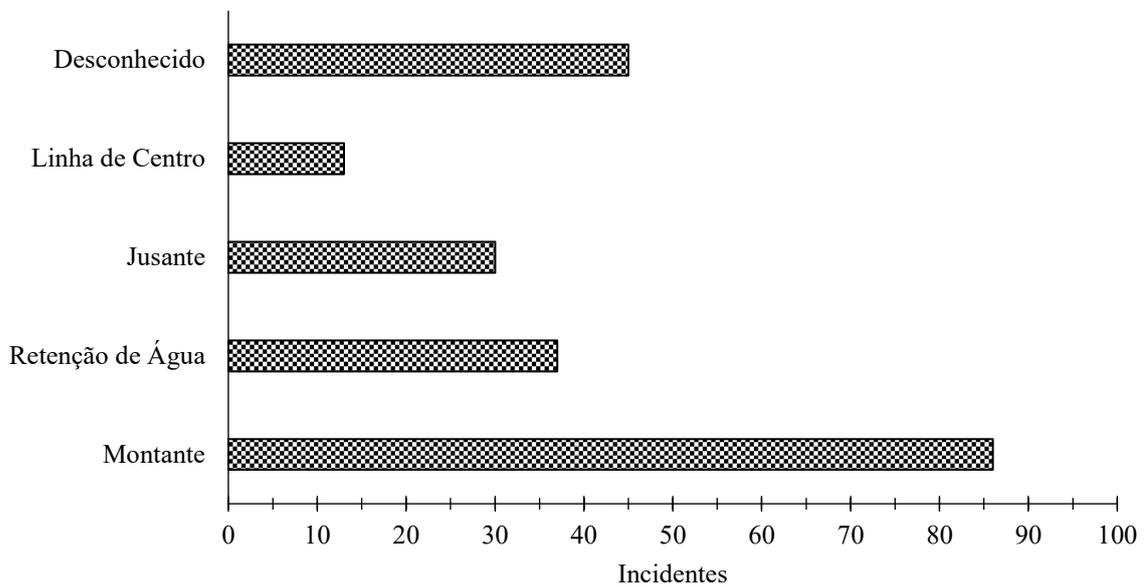


Figura 2.5 – Incidentes de barragens em função do método construtivo (modificado de ICOLD, 2001)

As rupturas de barragens de contenção são ocasionadas por diversos fatores, podendo ser atribuídos erros operacionais, erros construtivos e/ou erros de projeto. A seguir serão ilustrados alguns casos de ruptura de barragens de contenção em nível nacional e internacional.

a) Barragem de contenção de resíduos da mina de Stava – Itália (1985):

O sistema de contenção de resíduos da mina de Stava era composto por duas barragens, ambas alteadas pelo método à montante, com uma altura total em torno de 25 metros, conforme indica a Figura 2.6. A ruptura ocorreu em julho de 1985, movimentando um volume de 240.000 m<sup>3</sup> com velocidade média de 60 km/h, percorrendo cerca de 4 km. Ao todo foram registradas 268 mortes e uma área de 43,5 hectares de dano (DAVIES *et al.*, 2002; WISE, 2021).

Ambas barragens apresentavam elevadas condições de estabilidade global em termos de resistência ao cisalhamento, sendo assim Morgenstern (2001) sugeriu que a ruptura pudesse estar associada à uma elevação da superfície freática, causando a ruptura inicial do talude de jusante da barragem superior. Como efeito deste evento, as deformações excessivas acabaram por gerar poropressões positivas e, com isso, houve a liquefação da polpa que servia como apoio da barragem superior.

Morgenstern (2001) destaca o fato de que a ruptura deste sistema não foi iniciada devido ao aumento das tensões cisalhantes sob carregamento não drenado, mas pela diminuição da tensão efetiva devido ao aumento do nível freático sob condições drenadas.

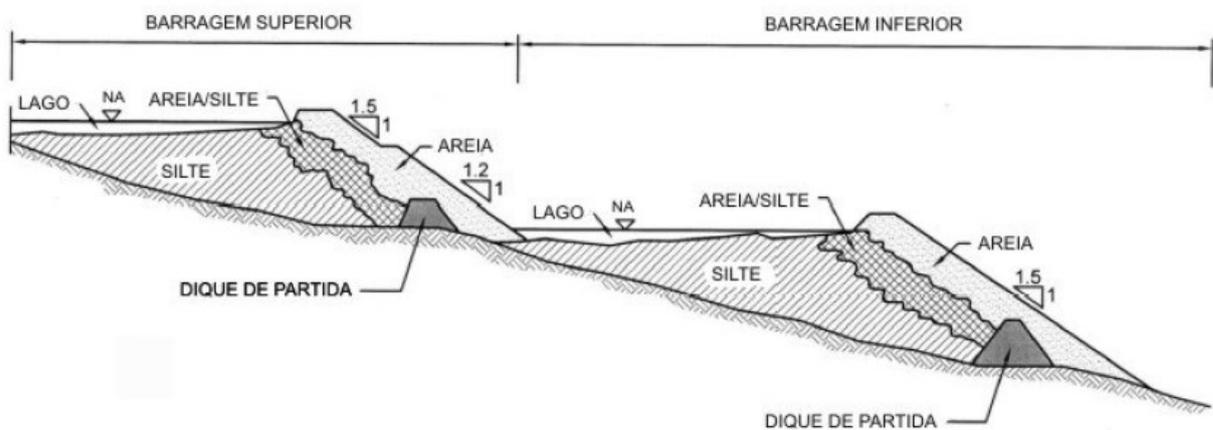


Figura 2.6 – Geometria do sistema de contenção da Mina de Stava (modificado de DAVIES *et al.*, 2002)

b) Barragem de contenção de resíduos da mina de Fernandinho – Brasil (1986):

A barragem de contenção de resíduos da mina de Fernandinho era composta por sucessivos alteamentos pelo método à montante, com uma altura total de 40 metros (PEREIRA, 2005). De acordo com Parra e Lasmar (1987), a inclinação e a altura do talude de jusante não apresentavam segurança compatível com a resistência ao cisalhamento do material e as poropressões desenvolvidas. A ruptura ocorreu em maio de 1986, movimentando um volume de 350.000 m<sup>3</sup> de resíduos de minério de ferro, registrando ao todo 7 mortes.

A ruptura ocorreu em duas etapas, onde, em primeiro momento, houve uma ruptura localizada na ombreira direita da estrutura de contenção e, em seguida, um colapso total que culminou na movimentação da lama fluída em alta velocidade, que acabou por percorrer o vale abaixo, destruindo a vegetação local. A Figura 2.7 apresenta as fases de ruptura da barragem.



Figura 2.7 – Fases da ruptura da barragem de contenção da Mina de Fernandinho (PARRA & LASMAR, 1987)

O método de disposição do resíduo influenciou fortemente na sucessibilidade à liquefação do sistema, devido ao fato que o lançamento era dado em pontos afastados do maciço da barragem, fazendo com que a fração fina decantasse próximo à estrutura de contenção (PARRA & LASMAR, 1987). Neste contexto geotécnico, o material de granulometria fina, com baixa densidade relativa e baixa condutividade hidráulica, caracterizam o maciço da Mina de Fernandinho como suscetível a liquefação. Não foi indicada uma causa específica que explique o incidente, porém as condições geotécnicas indicam que a ruptura ocorreu pelo fenômeno de liquefação (BEDIN, 2010).

c) Barragem de contenção de resíduos da mina de Merriesprult – África do Sul (1994):

A barragem de contenção de resíduos da mina de Merriesprult possuía uma altura de 31 metros, sendo composta por sucessivos alteamentos à montante com inclinação do talude de 1:2 (altura:base). No início de 1993, houveram algumas análises com a finalidade de suspender o lançamento de resíduos na região norte do reservatório. Porém, ocorreram ainda algumas deposições após o descomissionamento (PEREIRA, 2005).

Em fevereiro de 1994, ocorreu a ruptura da barragem, movimentando um volume de resíduos saturados de 690.000 m<sup>3</sup>, percorrendo cerca de 3 km e atingindo uma área de 50 hectares. Ao todo foram registradas 17 mortes e um vasto dano ambiental (FOURIE *et al.*, 2001).

Em primeiro momento, as discussões indicavam que os mecanismos de ruptura eram intimamente ligados a baixa densidade, elevada saturação e elevada presença finos depositados próximos a estrutura de contenção. Somado a isso, as investigações também atribuíam a disposição não autorizada de resíduos no local após o descomissionamento, tendo como resultado uma baixa borda livre no topo da barragem. Posteriormente, Fourie *et al.* (2001), a partir de ensaios de piezocone e ensaios triaxiais não-drenados em amostras reconstituídas, indicaram a liquefação como a possível causa da ruptura da barragem.

d) Barragem de contenção de resíduos da mina de Los Frailes – Espanha (1998):

A barragem de contenção de resíduos da mina de Los Frailes atingia uma altura de 30 metros, com inclinação do talude de 1:1,3 (altura:base). É importante destacar que a barragem foi construída sobre um depósito de argila marinha de resistência consideravelmente elevada, porém frágil no plano de ruptura paralelo à base. Tais condições inviabilizariam a construção da barragem com as características supracitadas (DAVIES *et al.*, 2002).

A ruptura da barragem movimentou um volume de lama de 4,5 milhões de m<sup>3</sup>, gerando enormes danos ambientais pelo alto teor de zinco no material (WISE, 2021). Davies *et al.* (2002) indicam que a ruptura ocorreu ao longo da fundação da barragem, aproximadamente 14 metros abaixo da superfície do solo. As deformações excessivas acabaram por gerar poropressão positiva e, com isso, houve a liquefação dos resíduos, contribuindo para a ruptura do sistema.

e) Barragem de contenção de resíduos da mina de Mariana – Brasil (2015):

A barragem de Fundão juntamente com as barragens de Germano e Santarém formavam o Complexo de Germano, localizado no município de Mariana, Minas Gerais. O projeto da barragem do vale do Fundão foi proposto no ano de 2005, quando foi constatado que a barragem do Germano estava próxima a atingir o limite de deposição de resíduos. Posteriormente, quando se verificou o preenchimento da barragem do Fundão, optou-se pelo processo de alteamento à montante, afim de aumentar a capacidade do reservatório (LIMA JÚNIOR & PAIVA, 2018).

No dia 5 de novembro de 2015 ocorreu a ruptura da barragem do Fundão, movimentando inicialmente um volume de resíduos fluídos próximos a 32 milhões de m<sup>3</sup> com velocidade estimada de 11 m/s, registrando ao todo 19 mortes. O volume de material liberado representava 61% do contido no barramento, uma proporção anormalmente elevada quando comparada com as estatísticas de rupturas de barragens de resíduos (MORGENSTERN *et al.*, 2016).

Devido a magnitude do evento, o rompimento a barragem do Fundão resultou em um vasto dano ambiental, sendo considerado o maior desastre ambiental ocorrido no país. O fluxo de resíduos percorreu o Córrego Fundão, o Córrego Santarém e o Rio Gualaxo do Norte até atingir o Rio do Carmo e, posteriormente, o Rio Doce (VERVLOET, 2016).

Morgenstern *et al.* (2016) indicam que os principais aspectos relacionados para a ocorrência da ruptura foram: (i) ineficiência do sistema de drenagem, resultando em areias saturadas à montante da barragem; (ii) material granular com compacidade fofa, devido ao lançamento hidráulico; e (iii) fenômeno de liquefação oriundo da composição geotécnica do local e das deformações ocorridas nas lamas abaixo dos resíduos arenosos. A Figura 2.8 apresenta o sistema de contenção antes e depois da ruptura.



Figura 2.8 – Barragem de Fundão e reservatório antes (a) e depois (b) da ruptura (MORGENSTERN *et al.*, 2016)

f) Barragem de contenção de resíduos da Mina do Córrego do Feijão – Brasil (2019):

O incidente da Mina do Córrego do Feijão, localizada a 9 quilômetros a nordeste de Brumadinho, Minas Gerais, teve início na barragem I no dia 25 de janeiro de 2019 com um rompimento repentino e catastrófico, que resultou em um fluxo de lama deslocando-se em alta velocidade a jusante da barragem. O colapso do talude ocorreu de forma rápida, em menos de 10 segundos, com 9,7 milhões de m<sup>3</sup> de resíduo sendo liberados em, aproximadamente, 5 minutos (ROBERTSON *et al.*, 2019). Em janeiro de 2020, um ano após o incidente, eram registradas 259 mortes com 11 pessoas ainda desaparecidas (ROTTA *et al.*, 2020). Além da perda humana, foi registrado um vasto dano ambiental em uma extensão de 600 quilômetros ao longo do rio Paraopeba e seus afluentes.

Robertson *et al.* (2019) destacam que análises de deformabilidade da barragem I não apresentavam indicativos de uma possível ruptura, entretanto o histórico da construção da barragem fornece informações sobre possíveis causas do colapso. A barragem I foi construída por um período de 37 anos, de 1976 à 2013, em 15 etapas, com um total de 10 alteamentos, sendo cada alteamento indicado na Figura 2.9.

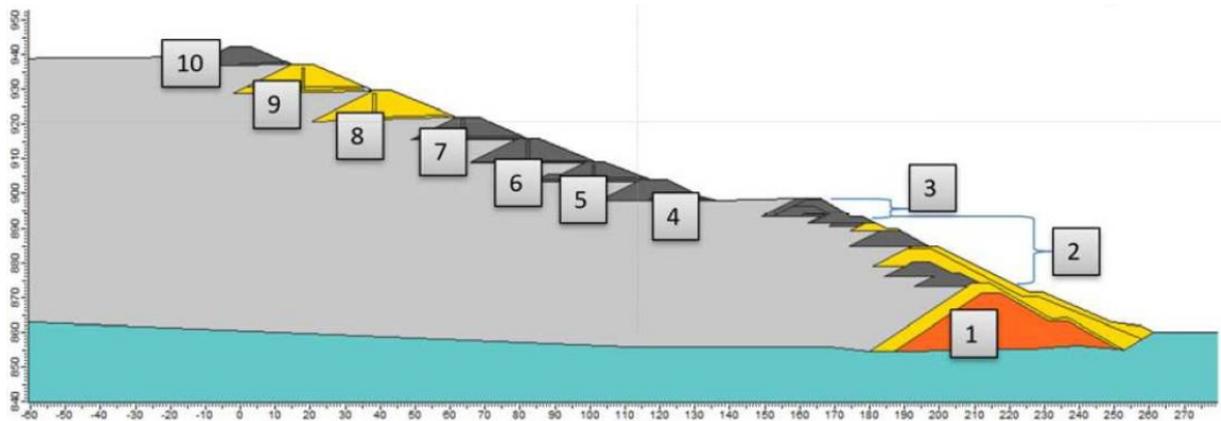


Figura 2.9 – Seção transversal da barragem I com destaque para os alteamentos (ROBERTSON *et al.*, 2019)

No quarto alteamento foi realizado um recuo, resultando na modificação da linha central, na redução da inclinação geral e na movimentação da parte superior da barragem para os resíduos menos resistentes e mais finos. O último alteamento foi realizado em 2013 e em julho de 2016 cessou-se o lançamento de resíduos na estrutura. No momento anterior a ruptura, a barragem I tinha uma altura total de 86 metros do pé até a crista, com a cota da crista de 942 metros acima do nível médio mar e um comprimento da crista de 720 metros. A altura de alteamento foi realizada entre 5 e 18 metros.

Robertson *et al.* (2019) constatam que, a partir da experiência com rupturas anteriores de barragens de resíduos, tal evento raramente deve-se a uma única causa, sendo o histórico de construção da barragem I o vetor da geração de condições de instabilidade, podendo destacar:

- a) O projeto que resultou em um talude íngreme construído a montante;
- b) O gerenciamento de drenagem dentro da barragem que permitiu que a água chegasse perto da crista da barragem em diversos momentos, tendo como resultado o lançamento de resíduos pouco resistentes próximos a crista;
- c) O recuo ocorrido no quarto alteamento que levou as partes superiores do talude para cima dos resíduos mais finos e menos resistentes;

- d) A falta de drenagem interna, resultando em um nível de água alto na barragem, principalmente na região do pé da barragem;
- e) Alto teor de ferro na composição do resíduo, resultando em resíduos pesados com cimentação entre partículas. Tal condição gerou resíduos rígidos com comportamento potencialmente muito frágil quando solicitados à uma condição não drenada;
- f) Precipitação regional alta e intensa estação chuvosa, resultando na perda de sucção e, conseqüentemente, na redução da resistência dos materiais não saturados.

Tal histórico gerou uma barragem composta fundamentalmente por resíduos fofos, saturados, pesados e de comportamento frágil, com altas tensões de cisalhamento no talude a jusante, resultando em uma barragem metaestável sob condições não drenadas.

Robertson *et al.* (2019) indicam que a ruptura da barragem I e o deslizamento de lamas ocorreram devido ao fenômeno de liquefação estática dos resíduos da barragem. O colapso da barragem metaestável, resultante da rápida perda de resistência dos resíduos, foi originário de uma combinação crítica de deformações específicas contínuas devido ao *creep*, e uma redução da resistência ao cisalhamento devido a perda de sucção na zona não-saturada causada pela precipitação cumulativa, em especial ao intenso regime de chuvas no final do ano de 2018.

Em contrapartida, no ano de 2021, o Centro Internacional de Métodos Numéricos em Engenharia (CIMNE) da Universidade Técnica da Catalunha a pedido do Ministério Público Federal, desenvolveu um relatório apontando o possível gatilho que teria desencadeado a ruptura da barragem de contenção, a partir de uma análise computacional (BRASIL, 2021).

Segundo o relatório, a partir de vasto número de simulações numéricas pautadas em um complexo modelo constitutivo, é possível descartar fenômenos de *creep* e de aumento de precipitação como potenciais gatilhos para fenômeno de liquefação, em contradição a conclusão de Robertson *et al.* (2019). O possível gatilho é atribuído a uma perfuração geotécnica para coleta de amostras e instalação de piezômetros que estava em andamento no momento da ruptura. O relatório aponta que tal processo acabou por gerar o fenômeno de liquefação em torno do final do furo B1-SM-13, resultando na ruptura completa da seção da barragem.

As rupturas de barragens de resíduos supracitadas, juntamente ao crescente consumo de materiais originários da indústria mineradora, destacam a necessidade de novas tecnologias para o aproveitamento dos resíduos de mineração. É urgente a busca por novos destinos aos resíduos oriundos do processo de beneficiamento mineral, evitando descarte massivo em estruturas de contenção e prevenindo possíveis incidentes.

### 2.3 TÉCNICAS DE ESTABILIZAÇÃO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS

Na engenharia geotécnica frequentemente são encontradas situações onde, inicialmente, o solo não atende os requisitos de projeto. Neste cenário, é possível destacar a existência de três possibilidades de solução do problema (MAKUSA, 2002; CABALLERO, 2019):

- a) Alteração do projeto inicial e construir levando em conta as propriedades do solo *in situ*;
- b) Substituição parcial ou total do solo;
- c) Alteração das propriedades intrínsecas do material a partir de técnicas de estabilização.

Muitas vezes, a execução de um projeto de engenharia está intimamente ligada à sua localidade, não sendo possível a troca do local que apresenta o solo problemático. É possível destacar também, que a substituição parcial ou total de um solo pode não ser viável devido a questões ambientais de disposição final do material, bem como, questões econômicas devido ao uso excessivo de materiais de empréstimo. Sendo assim, chama-se a atenção para a possibilidade de alteração das propriedades geotécnicas do material problemático a partir de técnicas de estabilização, melhoramento e/ou tratamento.

Dentre as técnicas mais importantes de estabilização de solos destacam-se a estabilização granulométrica, a compactação, a drenagem, a estabilização com agentes químicos, a estabilização térmica, a estabilização com adição de fibras e as injeções de materiais estabilizantes (INGLES & METCALF, 1972; WINTERKORN & PAMUKCU, 1991).

Na literatura, a nomenclatura utilizada para o solo que tem suas propriedades alteradas devido a ações externas é comumente encontrada como solo estabilizado, tratado, melhorado ou modificado, não havendo consenso sobre a definição exata para cada termo, sendo, por vezes, adotada a mesma para ambos (FOPPA, 2005).

Na engenharia rodoviária, Núñez (1991) emprega o termo solo estabilizado para misturas de solo e aditivo que apresentem ganhos significativos de resistência e durabilidade em relação ao solo *in natura* para emprego em bases de pavimentos flexíveis. Enquanto que o termo solo melhorado, é adotado para misturas de solo e aditivo que não imprimam ganho significativo de resistência mecânica, mas alteração nas propriedades de plasticidade, expansão e contração, em relação ao solo *in natura*. De modo análogo, o *American Concrete Institute – ACI* (2009) utiliza as mesmas definições, entretanto adotando os termos de “base tratada com cimento” e “solo modificado com cimento”, respectivamente.

Dentre as diversas possibilidades teóricas e práticas de estabilização de solos, é possível destacar as seguintes soluções (WINTERKORN & PAMUKCU, 1991; MAKUSA, 2002):

- a) Estabilização mecânica: tem como finalidade a alteração da estrutura (sólidos + vazios) do solo *in natura*, a partir de processos físicos como compactação, vibração ou pela incorporação de outro tipo de solo. Este procedimento é indicado para solos granulares, pois a redução do índice de vazios atribui ganho de resistência mecânica ao cisalhamento, redução da compressibilidade do solo e aumento da densidade relativa.
- b) Estabilização físico-química: tem como fundamento a utilização de métodos baseados na adição de agentes químicos em solos problemáticos. Nesse processo são desenvolvidas uma série de reações químicas entre os componentes do solo e os aditivos. O uso desta técnica pode ser limitado do ponto de vista econômico e ambiental dependendo do tipo de solo tratado ou agente químico aplicado. Sendo assim, existem diferentes tipos de processos de aplicação que venham a atender tais aspectos.

- c) Estabilização térmica: é uma metodologia baseada em processos físicos, utilizando técnicas de aquecimento ou congelamento para melhoramento das propriedades geotécnicas de solos problemáticos a pequenos ou longos períodos.

O presente estudo busca avaliar o comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro a partir da introdução de diferentes agentes químicos. Sendo assim, será abordado a seguir com maior rigor a técnica de estabilização físico-química de solos com uso de agentes aglomerantes tradicionais (*i.e.*, cimento Portland) e alternativos (*i.e.*, ligantes álcali-ativados).

### 2.3.1 Estabilização físico-química com cimento

A técnica de estabilização química com cimento é comumente nomeada de solo-cimento, sendo basicamente um material endurecido, resultado de uma mistura de solo, cimento Portland e água, compactada em uma densidade elevada (*U. S. ARMY CORPS OF ENGINEERS – USACE*, 2000; ABNT NBR 12253, 2012).

Foppa (2005) destaca a principal diferença entre solo-cimento e o concreto convencional, como:

- a) Para concretos convencionais é essencial que a quantidade de pasta (cimento + água) seja suficiente para recobrir a superfícies dos agregados (grãos + miúdos) e preencher os vazios existentes entre os mesmos.
- b) Para misturas solo-cimento a pasta é insuficiente para recobrir a superfície de todas as partículas de solo, sendo verificada a presença de vazios e resultando em uma matriz cimentícia que une nódulos de agregados não cimentados.

O ACI (2009) relata o uso da técnica solo-cimento em algumas áreas da construção civil no século XX, tendo o primeiro registro com a execução de uma estrada construída a partir de uma mistura de conchas, areia e cimento na cidade de Sarasota nos Estados Unidos. Posteriormente, foram registradas outras obras bem sucedidas, utilizando misturas solo-cimento como proteção de encostas e taludes, reforço de solos no projeto de barragens, reforço em aterros, contenção em escavações, prevenção de liquefação em areias e reforço de solos para aumento da capacidade de carga de fundações superficiais.

### 2.3.1.1 Normativas

No Brasil, existem normativas que balizam o uso da técnica solo-cimento, destacando sua aplicação para engenharia rodoviária. Neste contexto, tem-se:

- a) NBR 11798 (ABNT, 2012) que estabelece os requisitos para os materiais utilizados;
- b) NBR 12253 (ABNT, 2012) que explicita a dosagem do teor mínimo de cimento;
- c) NBR 12023 (ABNT, 2012), NBR 12024 (ABNT, 2012) e NBR 12025 (ABNT, 2012) que descrevem os procedimentos de compactação, moldagem, cura, armazenamento e ruptura de corpos de prova cilíndricos por ensaios de compressão simples;
- d) NBR 12254 (ABNT, 2013) que determina o procedimento de execução de solo-cimento como camada de base de pavimentos;
- e) NBR 13554 (ABNT, 2013) que baliza o procedimento do ensaio de durabilidade por molhagem e secagem.

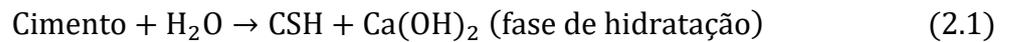
Em nível internacional a *American Society for Testing and Materials* – ASTM apresenta diversas normativas sobre o uso da técnica solo-cimento, envolvendo ensaios mecânicos de compressão simples, tração na flexão e durabilidade tanto por ciclos de molhagem e secagem quanto por ciclos de congelamento e descongelamento. É importante destacar que algumas normativas nacionais possuem semelhanças de procedimentos e recomendações das normativas internacionais,.

### 2.3.1.2 Reações químicas

Moh (1965) estudou as reações químicas desenvolvidas em misturas com diferentes solos e diferentes agentes cimentantes. O autor verificou um padrão de comportamento não muito distinto dentre as misturas, sendo as principais diferenças encontradas na taxa de reação das misturas analisadas e na quantidade relativa de produtos gerados.

Moh (1965) destaca, de forma resumida, que as reações em misturas solo-cimento podem ser dadas através das Equações 2.1 a 2.4:

- Reações primárias:



- Reações secundárias:



O silicato de cálcio hidratado (CSH) e o aluminato de cálcio hidratado (CAH) são os produtos de reação responsáveis pela alteração das propriedades mecânicas de misturas solo-cimento.

O processo de estabilização físico-química com cimento, indicado com base nas reações supracitadas, pode ser definido de forma mais detalhada, como (MOH, 1965):

- a) A adição de água na mistura solo-cimento causa a hidratação do cimento e, com isso, a formação de silicato de cálcio hidratado e a liberação do hidróxido de cálcio ( $\text{Ca(OH)}_2$ );
- b) Os produtos formados na etapa de hidratação do cimento apresentam-se como gelatinosos e amorfos, nos primeiros instantes. Conforme aumenta o tempo de cura da mistura, ocorre a cristalização de novos minerais que acabam por promover o endurecimento dos produtos de hidratação;
- c) O hidróxido de cálcio dissocia-se em água elevando o pH até 12, aproximadamente;

- d) Por fim, o hidróxido de cálcio reage gradualmente com a sílica e a alumina presentes nos argilominerais do solo, formando produtos cimentantes adicionais, nomeando-se as reações químicas desta etapa de reações secundárias.

#### 2.3.1.3 Métodos de dosagem

Para um comportamento mecânico satisfatório de misturas solo-cimento é necessário avaliar a correta dosagem entre os materiais utilizados. A dosagem ideal é aquela que atende aspectos técnicos, econômicos e ambientais, de modo que a mistura cumpra os requisitos de projeto, sem onerar custos e sem causar problemas de contaminação do solo local (DIAS, 2012).

Habitualmente, a dosagem de misturas solo-cimento é resultado de uma série de testes laboratoriais, com o objetivo de avaliar o teor mínimo de cimento e o teor de umidade necessário para verificar um comportamento satisfatório de resistência e durabilidade, de acordo com o tipo de projeto aplicado (FOPPA, 2016; CABALLERO, 2019).

Ingles e Metcalf (1972) explicitam que as primeiras experiências norte americanas se deram a partir de ensaios de durabilidade, onde amostras com tempo de cura de 7 dias eram submetidas a 12 ciclos de moldagem e secagem e/ou congelamento e degelo com escovamento superficial. Ao fim dos ciclos, eram verificados eventuais aumentos volumétricos e a perda de massa das amostras. O teor de cimento adotado era aquele capaz de produzir misturas solo-cimento que atendessem padrões estabelecidos de perda de massa e inchamento. Os autores apresentam uma previsão do teor em massa de cimento em função do tipo de solo, conforme ilustra a Tabela 2.3.

A NBR 12253 (ABNT, 2012) prescreve os requisitos para a determinação do teor em massa seca de cimento mínimo para misturas solo-cimento visando o emprego em camadas de pavimento. O critério de aceitação é baseado na resistência à compressão simples de corpos de prova cilíndricos mínima de 2,1 MPa em um período de 7 dias de cura. A Tabela 2.4 apresenta alguns teores mínimos de cimento estipulados pela NBR 12253 (ABNT, 2012) com base na classificação do solo segundo a ASTM D3282 (2015).

Tabela 2.3 – Teores de cimento em função do tipo de solo (adaptado de INGLES &amp; METCALF, 1972)

<b>Tipo de solo</b>	<b>Teor de cimento (%)</b>
Pedra finamente britada	0,5 – 2
Pedregulho arenoargiloso bem graduado	2 – 4
Areia bem graduada	
Areia mal graduada	4 – 6
Argila-arenosa	
Argila-siltosa	6 – 8
Argilas	8 – 15

Tabela 2.4 – Teor de cimento mínimo para o ensaio de compactação de solo-cimento (ABNT NBR 12253, 2012)

<b>Classificação do solo (ASTM D3282, 2015)</b>	<b>Teor de cimento (%)</b>
A1-a	4
A1-b	
A2	5
A3	7
A4	

Foppa (2005), em seu estudo analisando variáveis-chave no controle da resistência mecânica de solos artificialmente cimentados, desenvolveu uma metodologia de dosagem racional utilizando o índice porosidade por teor volumétrico de cimento ( $\eta/C_{iv}$ ). Tal metodologia, tem relação semelhante ao fator água/cimento utilizando para controle da resistência mecânica de concretos e argamassas.

O método desenvolvido por Foppa (2005), diferente das metodologias supracitadas, não busca teores mínimos de cimento, mas desenvolver uma curva de dosagem para prever o comportamento mecânico de misturas solo-cimento em função da compacidade e do teor de agente cimentante utilizado. O autor conclui que a resistência à compressão simples pode ser determinada a partir da Equação 2.5 e a curva de dosagem tem o comportamento semelhante ao explicitado na Figura 2.11.

$$q_u = C * \left( \frac{\eta}{C_{iv}^n} \right)^D \quad (2.5)$$

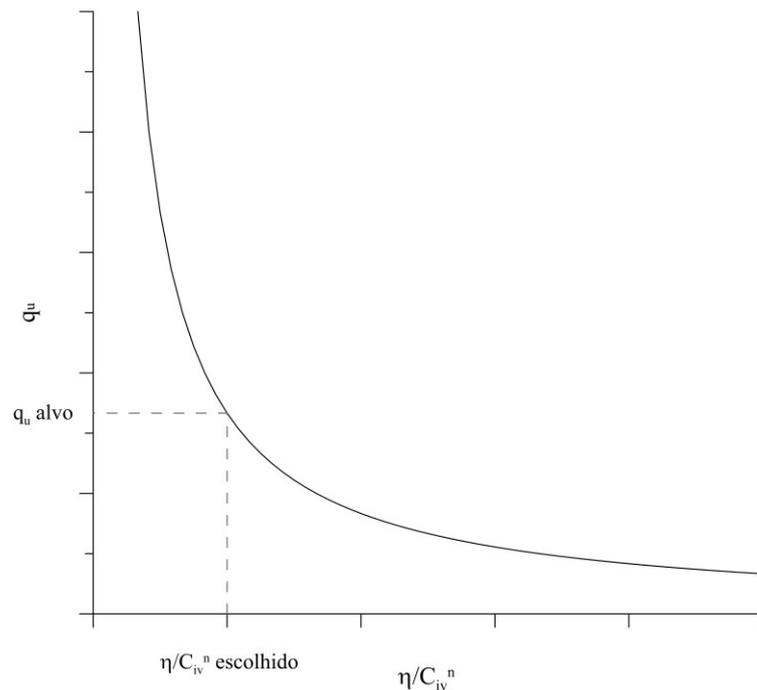


Figura 2.10 – Curva dosagem para solo-cimento (adaptado de FOPPA, 2005)

Destaca-se que os parâmetros  $C$ ,  $D$  e  $n$  são constantes de ajuste da curva dosagem considerando o maior coeficiente de determinação ( $R^2$ ). Foppa (2016) define o expoente  $n$ , aplicado ao teor volumétrico de cimento, como:

- a) Caso  $n = 1$ : variação proporcional entre a porosidade e o teor volumétrico de cimento, ou seja, ambos parâmetros tem igual influência na curva de dosagem.
- b) Caso  $n > 1$ : maior influência do teor volumétrico de cimento do que da porosidade na curva de dosagem.
- c) Caso  $n < 1$ : maior influência da porosidade do que do teor volumétrico de cimento na curva de dosagem.

Foppa (2005) desenvolveu a metodologia para misturas solo-cimento utilizando uma areia fina siltosa, porém outros autores avaliaram o comportamento mecânico de outros tipos de solos, desde os mais finos (ROJAS, 2012; CONSOLI *et al.*, 2016) até os mais grosseiros (VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009; FLOSS, 2012; RIOS *et al.*, 2013), como também para outros materiais geotécnicos, como os resíduos de mineração (CONSOLI *et al.*, 2017, 2022), sendo verificada a viabilidade de aplicação da metodologia.

Diambra *et al.* (2017) verificaram que os parâmetros  $n$  e  $D$  são ligados as características do solo, podendo o parâmetro  $D$  ser aproximado ao inverso de  $n$ . Por sua vez, o parâmetro  $C$  é dependente tanto do solo estabilizado quanto da matriz cimentante, tendo forte influência de parâmetros de tempo de cura, temperatura de cura e umidade de moldagem, parâmetros estes que acabam por influenciar a dinâmica das reações solo-cimento. Os autores fizeram tais constatações tomando como base um modelo matemático que assume que a resistência mecânica na ruptura da matriz de solo (a partir da teoria do estado crítico) e na matriz cimentante (com base no critério de ruptura de Drucker-Prager) se sobrepõem, concluindo que os parâmetros  $C$ ,  $D$  e  $n$  não são de caráter puramente empírico.

Outros pesquisadores constataram que o índice porosidade por teor volumétrico de cimento também pode ser correlacionado com outros parâmetros de misturas solo-cimento, como: (i) resistência à tração por compressão diametral (CONSOLI *et al.* 2010; FLOSS, 2012); (ii) tensão desvio em ensaios triaxiais (VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009); (iii) módulo cisalhante inicial (VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009; FLOSS, 2012); (iv) durabilidade (CONSOLI *et al.*, 2017) (v) estimativa da envoltória de ruptura de solos arenosos cimentados (CONSOLI, 2014).

### 2.3.2 Estabilização química com ligantes álcali-ativados

A álcali ativação é definida como um processo químico complexo, onde a reação química é dada entre uma fonte de aluminossilicato (precursor) e uma fonte de metal alcalino (ativador alcalino), que forma estruturas com propriedades cimentantes (DAVIDOVITS, 1994; PALOMO *et al.*, 1999).

Os ligantes álcali-ativados surgem como alternativa ao cimento Portland, amplamente utilizado pela indústria da construção, devido a possibilidade de obter-se materiais aglomerantes, a base de materiais comerciais e/ou a partir de resíduos. É possível destacar ainda que tais ligantes alternativos verificam menores níveis emissão de dióxido de carbono, menores níveis de gasto energético, maior resistência mecânica e durabilidade quando comparados aos aglomerantes tradicionais (XU & VAN DEVENTER, 2000; FLATT *et al.*, 2012; CRISTELO *et al.*, 2013).

Pinto (2004) destaca que as ligações álcali-ativadas apresentam elevado pH da solução ativadora, fazendo com que haja a dissolução e a quebra da estrutura dos aluminossilicatos, desenvolvendo reações de forma mais acelerada. Em relação às ligações dadas puramente por reações pozolânicas verifica-se a combinação dos aluminossilicatos presentes na pozolana com o cálcio presente nas cales em níveis menores de pH.

O uso de ligantes álcali-ativados para estabilização química de materiais geotécnicos é considerado uma técnica recente e viável quando comparado a métodos tradicionais como cimento Portland, cal ou combinações de cal e pozolana (CRISTELO *et al.*, 2012; RIOS *et al.*, 2016; CÔRREA-SILVA *et al.*, 2020; BRUSCHI, 2020; LOTERO, 2020).

### 2.3.2.1 Histórico de desenvolvimento dos ligantes álcali-ativados

O estudo de ligantes álcali-ativados teve como objetivo inicial o desenvolvimento de materiais aglomerantes alternativos para a aplicação na construção civil. Em 1908, o químico alemão Hans Kühn relata o comportamento entre misturas de escórias e sulfato alcalino, que resultou no desenvolvimento de cimentos supersulfatados, tendo as primeiras produções em 1914 na Alemanha e em 1932 na França e na Bélgica (AÏTCIN, 2008).

Posteriormente em 1940, o químico britânico Arthur Oscar Purdon desenvolveu um extenso estudo laboratorial com mais de 30 combinações de argamassas sem clínquer, produzidas de escórias com alto teor de cálcio e hidróxido de sódio (NaOH), sendo nomeado de *Purdocement*, atingindo resistências mecânicas comparadas ao cimento Portland convencional da época (SHI *et al.*, 2006). Com base neste material cimentante foram construídas em torno de 25 obras de engenharia em Bruxelas (BUCHWALD *et al.*, 2013).

Mais tarde em 1957, o cientista ucraniano Victor Glukhovsky verificou a viabilidade de obtenção de aglomerantes álcali-ativados baseados em materiais com baixo teor de cálcio e alto teor de óxidos de silício e alumínio, diferente dos materiais de alto teor de cálcio estudados até então. Glukhovsky (1959) nomeou estes ligantes de *soil cements* e os concretos correspondentes de *soil silicates*, devido à similaridade dos produtos de reações formados com alguns minerais naturais. Em função dos materiais precursores, o ligante álcali-ativado pode ser caracterizado em dois grupos, sendo: (i) sistemas alcalinos ( $\text{Me}_2\text{O}-\text{Me}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ ); e (ii) sistemas alcalinos-terrosos ( $\text{Me}_2\text{O}-\text{MeO}-\text{Me}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ ). Podendo Me ser definido como óxidos de sódio (Na), potássio (K), cálcio (Ca) ou magnésio (Mg) (SHI *et al.*, 2006).

No fim da década de 80, o cientista e engenheiro francês Joseph Davidovits desenvolveu uma série de ligantes a partir de álcalis com misturas calcinadas de caulinita, calcário e dolomita (DAVIDOVITS, 1981). Neste contexto, Davidovits atribuiu a estes ligantes o nome de geopolímero e propôs uma classificação baseada nas relações molar Si/Al (KRIVENKO, 2017).

Shi *et al.* (2006) destacam Hans Hühl, Arthur Oscar Purdon, Victor Glukhovsky e Joseph Davidovits como os principais desenvolvedores de cimentos álcali-ativados do século 20. Palomo *et al.* (2014) incluem como importantes as contribuições de Krivenko (1986), que investigou algumas propriedades dos materiais álcali-ativados e propôs o nome genérico de cimentos alcalinos e o nome específico de geocimento, e o estudo de Palomo *et al.* (1999), que produziram cimentos álcali-ativados com cinzas volantes.

Desde os primeiros estudos relacionados aos ligantes álcali-ativados, diversas nomenclaturas tem sido comumente definidas na literatura, como: (i) *soil cement* ou *soil silicate* (GLUKHOVSKY, 1959); (ii) geopolímero ou polímero inorgânico (DAVIDOVITS, 1979); (iii) geocimento (KRIVENKO, 1994); (iv) cimento álcali-ativado (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 1999); e (v) concreto polimérico inorgânico (SOFI *et al.*, 2007). Estas diferentes nomenclaturas verificadas acabam por muitas vezes dificultar o processo de divulgação dos ligantes álcali-ativados, pois, mesmo descrevendo o mesmo material, há uma falta de clareza durante o processo de pesquisa sobre a temática (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014).

É importante destacar também, que além da definição de uma nomenclatura única, há uma segregação ideológica dentro do cenário acadêmico em função dos produtos de reações formados, sendo constatadas duas vertentes distintas: (i) a primeira vertente usa os termos álcali-ativação e geopolimerização como sinônimos, sem distinção; e (ii) a segunda vertente afirma que, mesmo havendo semelhança, os produtos de reação dos ligantes álcali-ativados diferem dos produtos de reação dos geopolímeros (BRUSCHI, 2020).

No presente trabalho, devido à falta de clareza das terminologias verificadas na literatura, as reações apresentadas serão definidas como produtos do processo de formação dos materiais álcali-ativados, não atribuindo distinção com geopolímeros. Em relação a nomenclatura, poderão ser verificados ao longo do trabalho: (i) ligantes álcali-ativados; (ii) materiais álcali-ativados; ou (iii) cimentos álcali-ativados. Para ambas nomenclaturas destacadas, é mantida a mesma definição como sendo: produto cimentante resultado da mistura de materiais aluminossilicatos (precursores) e soluções alcalinas (ativados).

#### 2.3.2.2 Mecanismos de reação

O primeiro modelo utilizado para descrever os mecanismos de reação de ligantes álcali-ativados foi desenvolvido por Glukhovsky (1959), sendo dividido em diferentes etapas:

- a) O ativador alcalino, responsável pela alta concentração de hidroxila ( $\text{OH}^-$ ) do meio alcalino, provoca um forte aumento no pH da mistura, favorecendo a quebra das ligações iônicas (Ca-O) e covalentes (Si-O-Si, Al-O-Al e Al-O-Si) da fase amorfa dos materiais precursores, transformando os íons de sílica e alumina em coloides (*i.e.*, elementos com dimensões entre 1nm e 1 $\mu\text{m}$ ) e liberando-os na solução;
- b) Os cátions, originários do ativador alcalino, participam do processo de construção da estrutura, compensando o déficit de cargas negativas associadas à alteração da coordenação do alumínio durante a fase de dissolução;
- c) Os produtos resultantes da fase de dissolução conglomeram-se formando uma mistura de íons de alta mobilidade, interagindo entre si e produzindo uma estrutura gelatinosa;

- d) A proximidade entre as partículas permite que ocorram as reações de condensação, originando núcleos cada vez maiores que, por fim, conduzem à condensação total da estrutura. Os processos de reorganização estrutural determinam a microestrutura e a distribuição dos poros dos produtos finais de reação, sendo estes produtos definidos com base na composição química e mineralógica do precursor, da natureza e da dosagem do ativador alcalino e das condições de cura.

De forma sucinta, os mecanismos de reação definidos por Glukhovsky podem ser divididos em três fases: (i) destruição-coagulação; (ii) coagulação-condensação; e (iii) condensação-cristalização. Embora estes mecanismos sejam apresentados de forma linear é importante constatar que estes ocorrem de forma simultânea e heterogênea (DUXSON *et al.*, 2007).

#### 2.3.2.3 Produtos de reação

Os ligantes álcali-ativados podem ser produzidos a partir das mais diversas fontes de aluminossilicatos e ativadores alcalinos. Devido as diferentes propriedades de cada material utilizado, são verificadas variações no processo de hidratação e nas características microestruturais do material cimentante formado.

Em função da alta variedade de ligantes álcali-ativados que têm sido desenvolvidos nas últimas décadas, estes materiais aglomerantes alternativos foram categorizados em dois sistemas, tomando como base as fontes de aluminossilicatos utilizados: (i) sistema de alto cálcio; e (ii) sistema de baixo cálcio (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014). Os sistemas supracitados podem ser definidos como:

- a) Sistema de alto cálcio –  $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ : Os sistemas de alto cálcio são originários de materiais precursores de altos teores de óxidos de cálcio e silício, sendo ativados em condições alcalinas relativamente moderadas (BAKHAREV *et al.*, 2000; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2000; SHI *et al.*, 2006). O principal produto de reação formado é gel C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado), similar ao gel obtido no processo de hidratação do cimento Portland.

- b) Sistema de baixo cálcio –  $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ : Os sistemas de baixo cálcio são resultados de materiais precursores de altos teores óxidos de silício e alumínio e baixos (ou nulos) teores de óxidos de cálcio. Para que se iniciem as reações deste sistema é necessária uma condição de trabalho mais agressiva, com elevadas temperaturas de cura (60-200°C) e um meio altamente alcalino. O principal produto de reação formado é um gel N-A-S-H (aluminossilicato alcalino hidratado), sendo este um polímero inorgânico tridimensional que pode ser considerado um precursor de zeólita (PALOMO *et al.*, 1999; DUXSON *et al.*, 2007; PROVIS & VAN DEVENTER, 2019). Este gel é comumente chamado de geopolímero ou polímero inorgânico.

Atualmente, é introduzida uma terceira categoria, combinação dos dois sistemas supracitados, que pode ser um novo ligante álcali-ativado conhecido como cimento alcalino híbrido. Este material formado é resultado da ativação alcalina de precursores com óxidos de cálcio, óxidos de silício e óxidos de alumínio que somam conteúdos acima de 20% (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014), podendo ainda conter teores de cimento Portland em sua composição. O sistema híbrido é apresentado com maior detalhe nos trabalhos de Shi *et al.* (2006), Provis e Van Deventer (2009) e Pacheco-Torgal *et al.* (2014).

#### 2.3.2.4 Precursores

Materiais precursores podem ser definidos como quaisquer matérias-primas inorgânicas constituídas por altos teores de sílica e/ou alumina, podendo, teoricamente, serem incorporados no desenvolvimento de aglomerantes álcali-ativados (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014). A reatividade dos materiais precursores depende de diversos fatores, como: (i) teor de material amorfo; (ii) superfície específica do material; (iii) teor de fase vítrea; e (iv) tamanho de partícula (DUXSON *et al.*, 2007).

Os materiais precursores mais utilizados na concepção de ligantes álcali-ativados são a escória de alto forno, o metacaulim e a cinza leve de carvão mineral, devido a facilidade de obtenção e por serem amplamente estudados no século XX (PROVIS & VAN DEVENTER, 2009).

Atualmente, é verificada a viabilidade de uso de outros materiais precursores como: (i) materiais cerâmicos (MARTINATTO, 2021); (ii) cinza do bagaço de cana-de-açúcar (BRUSCHI, 2020); (iii) cinza de casca de arroz (CORREIA *et al.*, 2019); e (iv) pó de vidro (CONSOLI *et al.*, 2020). É possível destacar ainda a possibilidade de combinação de diferentes materiais precursores, como materiais pozolânicos (fontes de aluminossilicatos) e cales (fontes de óxidos de cálcio) para a produção de ligantes álcali-ativados baseados em sistemas de alto cálcio (BRUSCHI, 2020; LOTERO, 2020; MARTINATTO, 2021).

#### 2.3.2.5 Ativadores

Os ativadores alcalinos são componentes essenciais no desenvolvimento de ligantes álcali-ativados, sendo responsáveis pelo fornecimento de cátions de metais alcalinos, elevando o pH da solução, acelerando a dissolução do precursor sólido e promovendo as etapas de reação posteriores (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014). Estes materiais podem ser divididos em quatro grupos, sendo: (i) hidróxidos alcalinos; (ii) silicatos alcalinos; (iii) carbonatos alcalinos; e (iv) sulfatos alcalinos (DUXSON *et al.*, 2007).

Os hidróxidos alcalinos são bases fortes e altamente corrosivas, sendo formados por um cátion alcalino metálico e uma hidroxila ( $\text{OH}^-$ ). O cátion metálico do composto pode ser originário de diversos elementos (*e.g.*, sódio, potássio, lítio, rubídio, célio), porém o hidróxido de sódio (NaOH) e o hidróxido de potássio (KOH) são os mais utilizados, em função do baixo custo e da alta solubilidade em água (DUXSON *et al.*, 2007; PROVIS; VAN DEVENTER, 2009).

Os silicatos alcalinos apresentam semelhanças com os hidróxidos alcalinos, tendo forte presença de cátions metálicos provenientes de elementos de sódio e potássio, sendo frequente a utilização do silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) e do silicato de potássio ( $\text{K}_2\text{SiO}_3$ ) (PROVIS, 2006; SARGENT *et al.*, 2013). As soluções de silicato de sódio apresentam considerável desempenho da dissolução dos aluminossilicatos, resultando na aceleração de formação dos compostos cimentantes, formando produtos aglomerantes de alta resistência mecânica e elevada durabilidade (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014).

Para os carbonatos alcalinos e os sulfatos alcalinos, verificam-se as formulações genéricas de  $M_2CO_3$  e  $M_2SO_4$ , respectivamente, sendo M o elemento que representa o grupo dos metais alcalinos (PROVIS & VAN DEVENTER, 2009). Para ambos grupos de ativadores, constata-se o melhor custo benefício a partir da presença de sódio como cátion alcalino metálico, devido ao baixo consumo energético, menor preço e melhor reatividade, quando comparado ao potássio e outros (DUXSON *et al.*, 2007; PACHECO-TORGAL *et al.*, 2014).

#### 2.3.2.6 Aplicações geotécnicas

Como destacado até o presente momento, os ligantes álcali-ativados têm apresentado possibilidade de uso em substituição a aglomerantes tradicionais como cimento Portland e cal. Neste contexto, os estudos sobre a aplicação deste agente cimentante alternativo na estabilização físico-química de materiais geotécnicos são muito recentes quando comparados ao uso da mesma técnica com materiais tradicionais.

Alguns autores (CRISTELO *et al.*, 2011, 2012, 2013; SARGENT *et al.*, 2013; RIOS *et al.*, 2016; CONSOLI *et al.*, 2020; CORRÊA-SILVA *et al.*, 2020; MIRANDA *et al.*, 2020) constatarem a viabilidade do uso de cimentos álcali-ativados (com base em diferentes precursores e ativadores) na estabilização de diversos tipos de solo.

Cristelo *et al.* (2011) desenvolveram um ligante álcali-ativado a partir de cinzas volantes de baixo cálcio e soluções alcalinas de hidróxido e silicato de sódio para estabilização físico-química de um solo areno-argiloso. Como resultado, os autores verificaram valores de resistência à compressão simples de 45 MPa aos 365 dias de cura, aproximadamente. Por fim, os autores aplicaram em campo a técnica de *jet grouting*, produzindo colunas originárias de cimento Portland tradicional e da dosagem de ligante álcali-ativado estudado em laboratório. Como resultado, foram verificadas resistências maiores para as colunas de cimentos álcali-ativados para um período de cura de 3 meses, destacando a importância do tempo de cura e do tipo de agente cimentante para tomada de decisão de soluções para problemas geotécnicos a partir de técnicas de estabilização de solo.

Miranda *et al.* (2020) verificaram a viabilidade de estabilização de solos moles para emprego como sub-base de pavimentos, a partir do uso de cinco agentes aglomerantes, sendo: (i) cinza volante ativada com combinação hidróxido e silicato de sódio; (ii) cinza volante ativada com hidróxido de sódio; (iii) cinza volante ativada com solução alcalina reciclada; (iv) cimento Portland; e (v) cal viva. Os autores desenvolveram uma camada estabilizada com comprimento de 80 metros e largura de 2,5 metros, dividindo a pista em cinco seções, uma para cada agente cimentante testado, sendo realizados ensaios de placa em campo e ensaios de resistência à compressão simples em amostras retiradas *in situ* e preparadas em laboratório. Os autores constatam uma resistência à compressão simples entorno de 1,5 MPa para as amostras com cimento Portland, sendo superior em relação aos demais para um tempo de cura de 36 dias. Entretanto, para o tempo de cura de 90 dias, foi observada uma resistência à compressão simples superior à 3 MPa as amostras com cinza volante ativada pelo composto de hidróxido e silicato de sódio, sendo superior as demais e atingindo, aproximadamente, o dobro de resistência mecânica quando comparada com amostras de cimento Portland para o mesmo período de cura.

Deve ser destacada também a possibilidade de estabilização físico-química de resíduos de mineração a partir do uso de ligantes álcali-ativados (DAVIDOVITS, 1994; BRUSCHI, 2020). Soma-se a isto o fato de que, o processo de álcali-ativação pode vir a promover a imobilização de metais tóxicos, através do efeito de encapsulamento físico e das ligações químicas envolvidas no processo (XU *et al.*, 2006; ZHANG *et al.*, 2008).

## 2.4 ASPECTOS GERAIS SOBRE A GERAÇÃO E A UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS COM POTENCIAL DE AGENTES PRECURSORES

O modelo atual de produção ainda tem enfoque na utilização de matérias-primas não renováveis de origem natural, devido à abundância dos recursos naturais. Entretanto, a industrialização, o desenvolvimento de novas tecnologias, o crescimento populacional e o elevado número de pessoas vivendo em centro urbanos contribuíram para o agravamento de problemas relacionados a geração de resíduos (ÂNGULO *et al.*, 2001).

De 2008 à 2017 a geração de resíduos teve um aumento de 75%, enquanto que o crescimento populacional foi de 8,5% (CONCEIÇÃO *et al.*, 2020). Santos *et al.* (2019) destacam a possibilidade de reciclagem e reutilização de resíduos para aplicação na construção civil, gerando tecnologias alternativas que atendam aspectos econômicos e ambientais.

Diversas pesquisas destacam a viabilidade de resíduos na estabilização de solos (PINTO, 1971; MALLMANN, 1996; BEHAK, 2007; RUVÉR *et al.*, 2013; BASTOS *et al.*, 2016; SERVI *et al.*, 2019; CONSOLI *et al.*, 2021). A utilização destes resíduos como subprodutos, quando comparados à materiais cimentantes comerciais, possibilitam não somente uma redução de custos, como também, o desenvolvimento sustentável (CONSOLI *et al.*, 2019).

Neste cenário, devido as características físicas, químicas e mineralógicas, é possível destacar a cinza de casca de arroz e a cal de carbureto como potenciais materiais para aplicação na construção civil (CONSOLI *et al.* 2019; SERVI *et al.* 2019a, 2019b). Sendo assim, ambos materiais serão apresentados com maiores detalhes nas subseções seguintes.

#### 2.4.1 Geração e reciclagem de cinza de casca de arroz

O arroz tem destaque como um dos alimentos mais importantes para a nutrição humana, correspondendo a 29% do total de grãos utilizados (SOCIEDADE SUL-BRASILEIRA DE ARROZ IRRIGADO – SOSBAI, 2018). O Brasil toma relevância como o principal produtor entre os países ocidentais, tendo 70% da produção orizícola nacional oriunda do estado do Rio Grande do Sul (BARATA, 2005).

Do processo de beneficiamento do grão do arroz é gerada a casca de arroz, podendo ser considerada danosa ao meio ambiente, devido a lenta biodegradação, ao baixo valor comercial, ao baixo valor nutricional e ao elevado volume gerado, representando valores na faixa de 20-25% do peso do grão (HOUSTON, 1972; SERVI *et al.*, 2019a). Entretanto, a casca de arroz possui elevado poder calorífico, tornando-se um biocombustível dentro das próprias indústrias de beneficiamento, substituindo outros materiais combustíveis e eliminando volumosas quantidades de material residual (POUEY, 2006).

Neste cenário, a queima da casca de arroz gera a cinza de casca de arroz, que é definida como sendo um material leve, volumoso, altamente poroso, podendo apresentar teores de sílica na faixa de 85-95% (CONSOLI *et al.*, 2019; SERVI *et al.*, 2019b). O potencial pozolânico da cinza de casca de arroz pode ser elevado a partir da aplicação de tratamentos térmicos, físicos e/ou químicos, gerando materiais com presença de sílica altamente amorfa, com elevada superfície específica e, por consequência, altamente reativos quando sujeitos a presença de materiais alcalinos (*e.g.*, cales, hidróxidos alcalinos e silicatos alcalinos) (POUEY, 2006; BEHAK; MUSSO, 2016; SERVI *et al.*, 2019a; CONSOLI *et al.*, 2019).

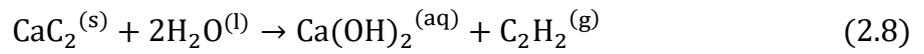
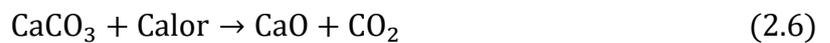
Servi *et al.* (2019a) empregaram na estabilização físico-químico de solos arenosos junto à cal dolomítica hidratada uma cinza de casca de arroz gerada em forno industrial. De modo comparativo, os autores aplicaram dois processos de tratamento no material, sendo: (i) tratamento térmico; e (ii) tratamento térmico + tratamento físico. Como resultado, os autores verificaram três cinzas de casca de arroz visivelmente distinta, conforme ilustra a Figura 2.11. Para uso da técnica de estabilização do solo, os autores constataram, em um período de cura de 28 dias, resistências à compressão simples de 128 kPa para uso da cinza *in natura*, 437 kPa para uso da cinza com tratamento térmico e 3311 kPa para uso da cinza com tratamento combinado (térmico + físico). Os autores constataram o potencial uso da cinza de casca de arroz como material pozolânico mediante ao rigoroso controle de queima e moagem.



Figura 2.11 – Cinza de casca de arroz *in natura* (esquerda), submetida à tratamento térmico (centro) e submetido à tratamento combinado (térmico + físico) (direita) (SERVI *et al.*, 2019a)

### 2.4.2 Geração e reciclagem de cal de carbureto

A produção do gás acetileno é dada a partir de dois compostos, o carbureto de cálcio ( $\text{CaC}_2$ ) e água ( $\text{H}_2\text{O}$ ) quando submetidos ao processo de síntese em altas temperaturas (2000-2500°C), sendo o carbureto resultado da combinação de óxido de cálcio com carvão (LOTERO, 2020). O processo e as reações químicas que envolvem a produção do gás acetileno são apresentadas a partir das Equações 2.6 a 2.8.



Ao fim do processo de produção do gás acetileno é gerado como resíduo o carbureto de cálcio, também denominado de cal de carbureto, que é constituído por elevadas quantidades de hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), baixas porções de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) (MARTINATTO, 2021). Segundo *Market Research Store* (2015), a produção global de gás acetileno gerou cerca de 1,4 milhões de toneladas de resíduo em 2015, enquanto que no Brasil, a produção de gás acetileno anual chega a 6 mil toneladas, resultando em, aproximadamente 17 mil toneladas de cal de carbureto.

A elevada presença de hidróxido de cálcio livre em sua composição, bem como, a baixa presença de impurezas, tornam a cal de carbureto um potencial subproduto para aplicação na construção civil. Alguns autores (CONSOLI *et al.*, 2019; SALDANHA *et al.*, 2016, 2018; CORRÊA *et al.*, 2021) relatam a viabilidade de uso da cal de carbureto junto a materiais pozolânicos para estabilização de diferentes materiais geotécnicos, atribuindo melhora do comportamento mecânico de resistência, rigidez e durabilidade.

### **3 PROGRAMA EXPERIMENTAL**

Neste capítulo encontra-se o programa experimental definido para a pesquisa, descrevendo os materiais e métodos utilizados. Ainda, realiza-se uma descrição detalhada de cada uma das etapas do estudo e os respectivos limites analisados.

#### **3.1 MATERIAIS**

Os materiais utilizados no estudo são divididos em: (i) material geotécnico (resíduo de minério de ferro); (ii) precursores do ligante alternativo (cinza de casca de arroz e cal de carbureto); (iii) ativadores alcalinos do ligante alternativo (hidróxido de sódio e silicato de sódio); e (iv) agente aglomerante convencional (cimento Portland de alta resistência inicial). Os procedimentos experimentais adotados são descritos no item 3.2.1.

##### **3.1.1 Resíduo de minério de ferro**

O resíduo de minério de ferro (RMF) utilizado é um material gerado na cadeia produtiva de obtenção do minério de ferro, oriunda do estado de Minas Gerais, Brasil. O local de extração, lavra e tratamento do resíduo está localizado no Quadrilátero Ferrífero.

Para o estudo, o material foi recebido no Laboratório de Geotecnia e Concreto Professor Cláudio Renato Rodrigues Dias (LGC) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG) em três sacos de 20 kg cada. O material apresentou elevada umidade, sendo submetido ao procedimento de secagem em estufa com temperatura de 100°C por 24 horas. Posteriormente, dispôs-se o resíduo em sacos herméticos, armazenando-os em local seco, a fim de evitar ganho de umidade e/ou contaminação por outros materiais.

A curva granulométrica do resíduo de minério de ferro é apresentada na Figura 3.1. As características físicas do resíduo de minério de ferro são explicitadas na Tabela 3.1, com resultados de peso específico real dos grãos, de frações granulométricas do material e de limites de liquidez e plasticidade.

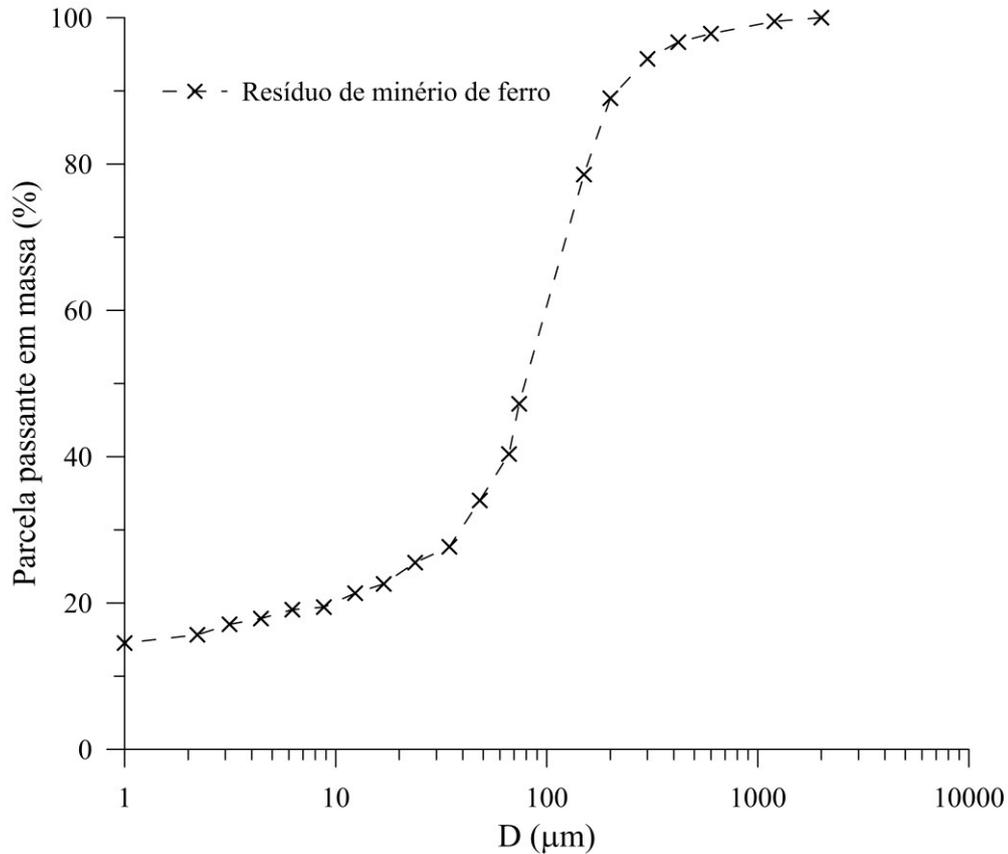


Figura 3.1 – Curva granulométrica do resíduo de minério de ferro obtida por peneiramento e sedimentação

Tomando como referência a classificação estabelecida por McLeod e Bjelkevik (2017), conforme a Tabela 2.1 e a Figura 2.3, o material apresenta, predominantemente, granulometria de um resíduo granular (*hard rock tailings* – HRT). De acordo com os autores, o resíduo tem comportamento similar a uma silte arenoso não plástico, em consonância ao constatado pelos ensaios de limites de Atterberg. Em relação ao peso específico real dos grãos do resíduo de minério de ferro, verifica-se um valor superior ao observado para materiais geotécnicos convencionais e similar aos encontrados na literatura (*vide* Tabela 2.2).

A Figura 3.2 apresenta os resultados do ensaio Proctor de compactação. Com base nos resultados de compactação, é possível destacar o aumento do peso específico seco máximo e a redução do teor de umidade ótimo esperados com o aumento da energia de compactação. A Tabela 3.2 apresenta os valores indicados para cada energia.

Tabela 3.1 – Propriedades físicas do resíduo de minério de ferro

Propriedade	Limites	Resultado	Referência
Areia grossa	$600 \leq D < 2000 \mu\text{m}$	2,2%	NBR 6502 (ABNT, 1995) NBR 7181 (ABNT, 2016)
Areia média	$200 \leq D < 600 \mu\text{m}$	8,8%	
Areia fina	$60 \leq D < 200 \mu\text{m}$	50,6%	
Silte	$2 \leq D < 60 \mu\text{m}$	22,9%	
Argila	$D < 2 \mu\text{m}$	15,5%	
Peso específico real dos grãos ( $\text{kN/m}^3$ )	-	29,2	NBR 6458 (ABNT, 2016)
Limite de liquidez	-	-	NBR 6459 (ABNT, 2016)
Limite de plasticidade	-	-	NBR 7180 (ABNT, 2016)
Índice de plasticidade	-	Não plástico	-

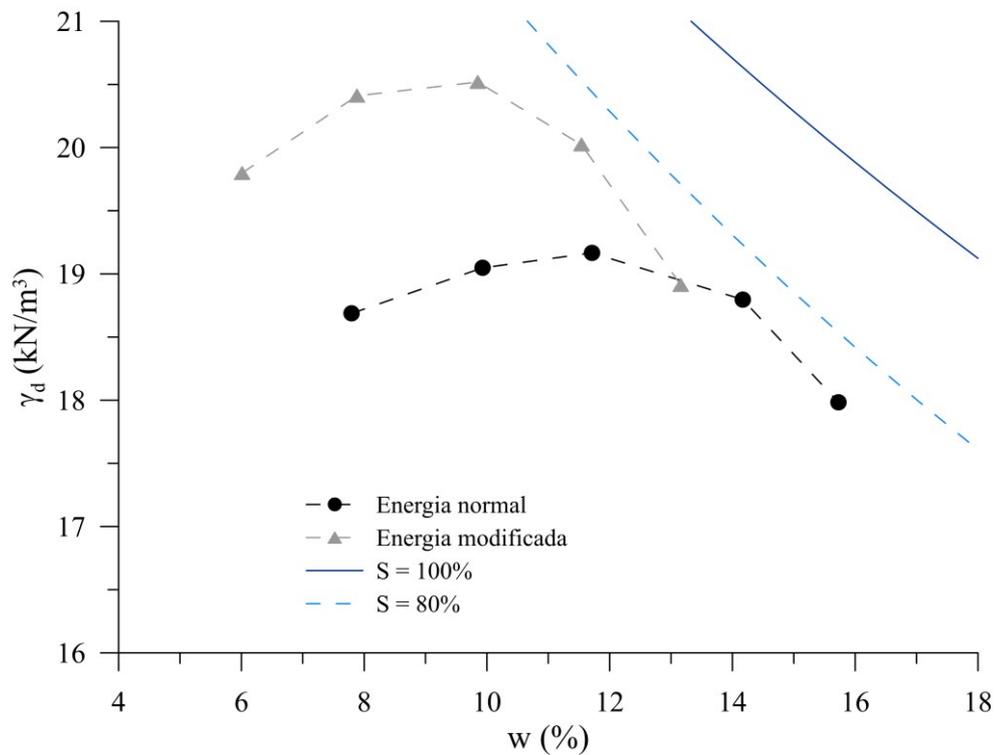


Figura 3.2 – Ensaio Proctor de compactação do resíduo de minério de ferro

Tabela 3.2 – Ensaio Proctor de compactação do resíduo de minério de ferro

<b>Energia</b>	<b>Peso específico aparente seco máximo (kN/m<sup>3</sup>)</b>	<b>Teor de umidade ótimo (%)</b>
Normal	19,20	11,4
Modificado	20,50	9,4

O resíduo de minério de ferro não se caracteriza como um material geotécnico convencional, sendo assim, há interesse em compreender as características físicas, químicas e mineralógicas do material. Neste contexto, são apresentados a seguir resultados de ensaios de fluorescência de raios-X, difratograma de raios-X e microscópio eletrônico de varredura.

A Tabela 3.3 ilustra a composição química percentual do resíduo de minério de ferro obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X. O material é constituído majoritariamente por óxidos de silício, ferro e alumínio, nesta ordem de magnitude dos teores.

Tabela 3.3 – Composição química do resíduo de minério de ferro (em %)

<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>TiO<sub>2</sub></b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>MgO</b>	<b>MnO</b>	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	<b>Outros</b>
69,7	4,8	ND	24,0	0,2	0,1	0,1	0,3	0,4	0,3	ND	0,1

ND = Não detectado

A Figura 3.3 exibe o difratograma de raios-X do resíduo, sendo identificados picos de caulinita ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e goethita ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ). A composição mineralógica do resíduo de mineração exibe consonância a composição química percentual, na Tabela 3.3, e com outros autores (WILLS & NAPIER-MUNN, 2006; BASTOS *et al.*, 2016).

A Figura 3.4 expõe a morfologia das partículas de resíduo de minério de ferro a partir da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Com auxílio do detector de energia dispersiva (EDS), a Figura 3.5 apresenta os valores de intensidade normalizada em função da energia aplicada para distintas partículas da Figura 3.4b, enquanto a Tabela 3.3 exibe as porcentagens semiquantitativas de massa de elementos das áreas analisadas.

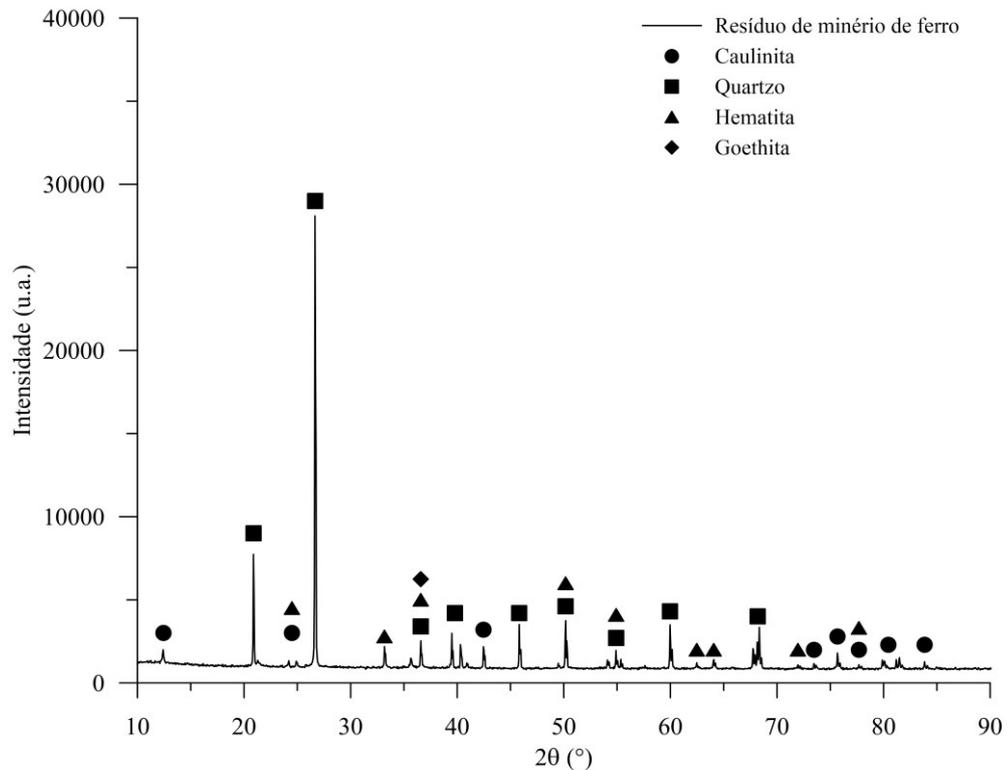


Figura 3.3 – DRX do resíduo de minério de ferro

A avaliação semiquantitativa realizada pela detecção de energia dispersiva verifica como elementos majoritários ferro, silício e oxigênio, com menores teores de alumínio e carbono. Tal análise condiz com a composição química percentual observada no espectrograma de fluorescência de raios-X, indicada na Tabela 3.3 e com a mineralogia do resíduo verificada na difratometria de raios-X, ilustrada na Figura 3.3.

A Figura 3.4b permite observar a presença de partícula de rocha britada (área 1 – direita) e de minério de ferro não beneficiado (área 2 – esquerda). Esta afirmação tem apoio nos percentuais de massa dos elementos verificados através da detecção de energia dispersiva, identificando elevados picos de ferro e oxigênio na primeira análise (partícula na direita) e elevados picos de silício e oxigênio na segunda análise (partícula na esquerda).

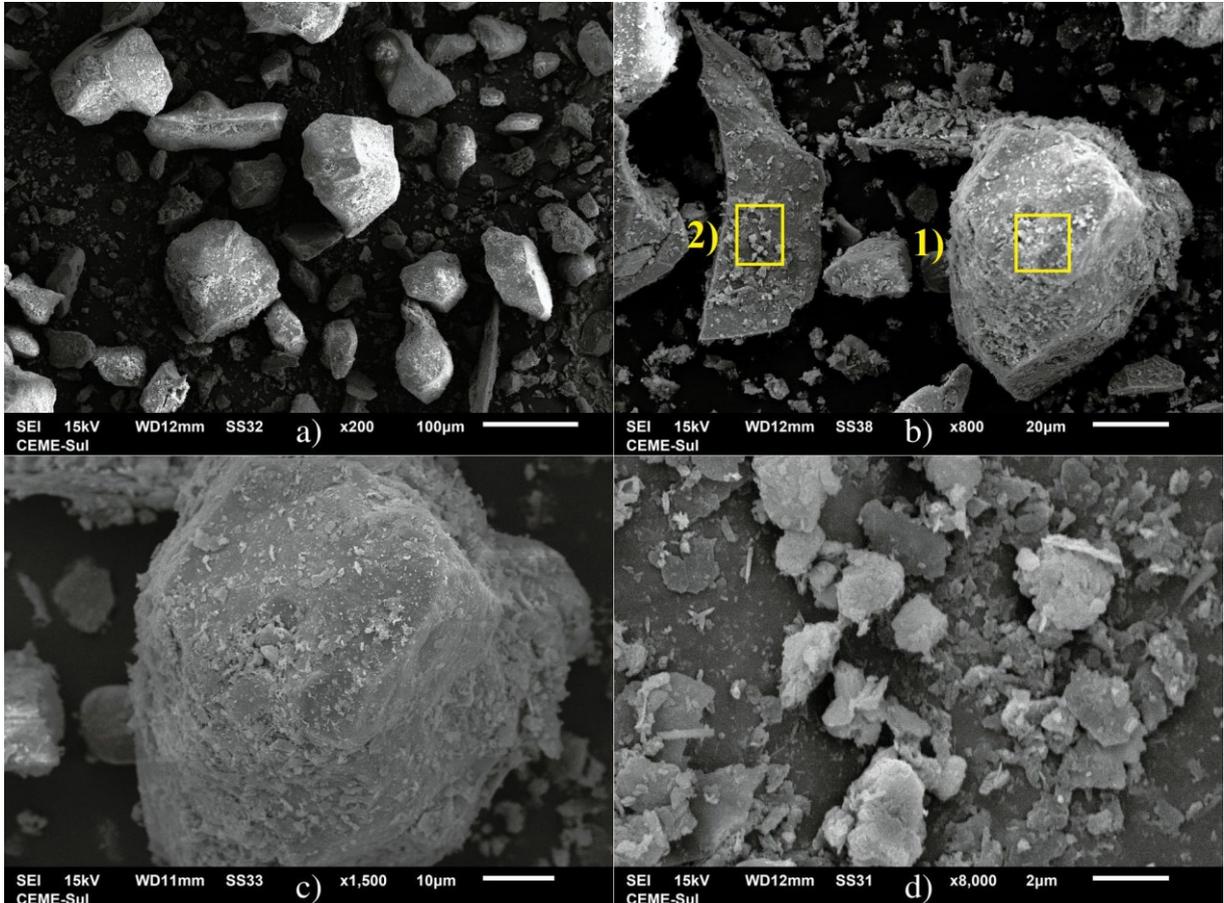


Figura 3.4 – MEV do resíduo de minério de ferro em magnitudes: 200 (a), 800 (b), 1500 (c) e 8000 (d) vezes

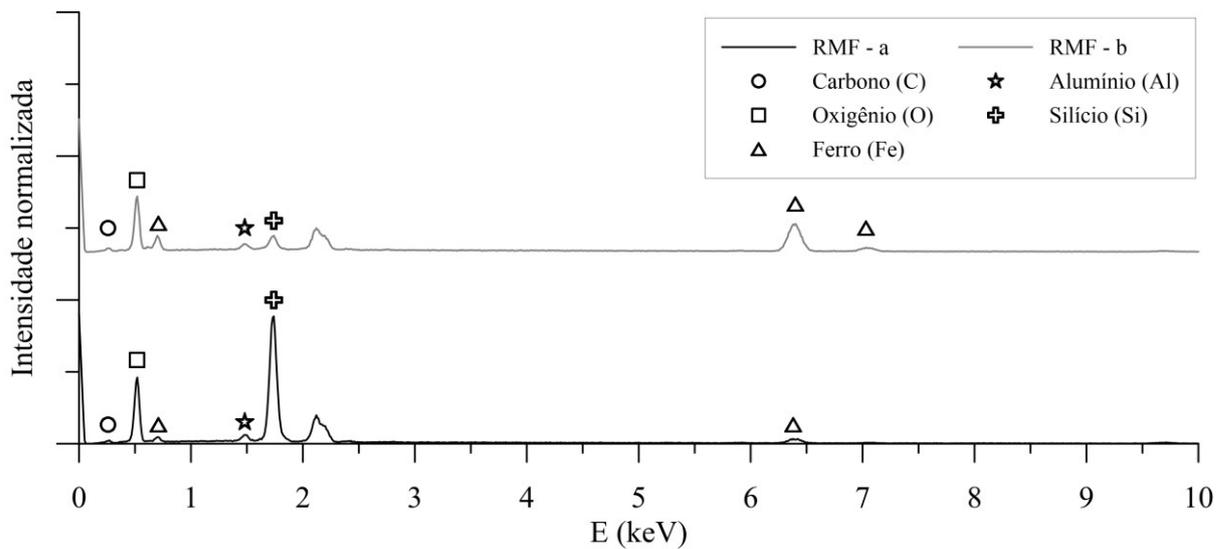


Figura 3.5 – EDS de partículas de resíduo de minério de ferro

Tabela 3.4 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro

<b>EDS</b>	<b>Fe</b>	<b>Si</b>	<b>Al</b>	<b>C</b>	<b>O</b>
1	14,6	43,1	1,6	3,0	37,7
2	72,5	5,5	1,9	1,9	18,2

### 3.1.2 Cinza de casca de arroz

A cinza de casca de arroz (CCA) utilizada é um material originário do processo de queima da casca de arroz em leito fluidizado, sendo fabricada e comercializada por uma empresa localizada no município de Alegrete, Rio Grande do Sul, Brasil.

Segundo a empresa fornecedora, o procedimento de combustão da casca de arroz tem como objetivo a geração de energia térmica (vapor) e energia elétrica, com temperaturas que permitam a obtenção de uma sílica estável no estado amorfo. A comercialização deste material tem como foco a aplicação na construção civil para produção de concretos, argamassas e pré-fabricados, e na indústria de artefatos de borracha.

Para o estudo, o material foi disponibilizado em sacos de 20 kg pronto para uso. Em laboratório, dispôs-se o produto em embalagens herméticas e armazenou-se em local seco, de modo a evitar o ganho de umidade e a contaminação por outros materiais.

A curva granulométrica da cinza de casca de arroz é apresentada na Figura 3.6. A Tabela 3.5 explicita as características físicas da cinza de casca de arroz, com resultados de peso específico real dos grãos e as frações granulométricas do material.

De acordo com a curva granulométrica da cinza de casca de arroz, é possível destacar que o material apresenta tamanho de grãos análogos a um solo siltoso convencional. Em relação ao peso específico real dos grãos, é verificado um valor inferior ao encontrado para materiais geotécnicos convencionais e próximo ao relatado por diferentes pesquisadores na literatura (KIM *et al.*, 2014; CONSOLI *et al.*, 2019; SERVI *et al.*, 2019a; SALONI *et al.*, 2020) para cinzas de casca de arroz.

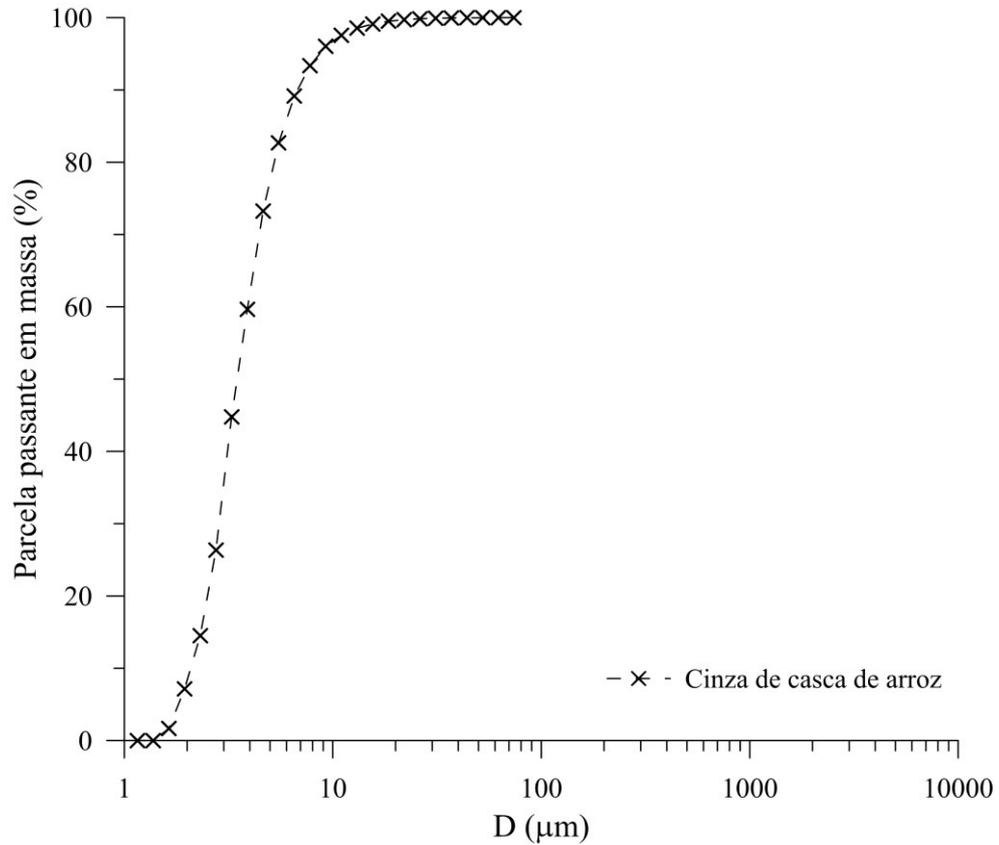


Figura 3.6 – Curva granulométrica da cinza de casca de arroz obtido por granulometria à laser

Tabela 3.5 – Propriedades físicas da cinza de casca de arroz

Propriedade	Limites	Resultado	Referência
Areia grossa	$600 \leq D < 2000 \mu\text{m}$	0,0%	NBR 6502 (ABNT, 1995)
Areia média	$200 \leq D < 600 \mu\text{m}$	0,0%	
Areia fina	$60 \leq D < 200 \mu\text{m}$	0,0%	
Silte	$2 \leq D < 60 \mu\text{m}$	91,7%	
Argila	$D < 2 \mu\text{m}$	8,3%	
Peso específico real dos grãos ( $\text{kN/m}^3$ )	-	21,18	NBR 16605 (ABNT, 2017)

Consoli *et al.* (2019) utilizaram cinza de casca de arroz de mesma origem a empregada na presente pesquisa, sendo assim a Tabela 3.6 apresenta a composição química de cinza de casca de arroz obtida a partir de ensaio de espectrometria de fluorescência de raios X.

Tabela 3.6 – Composição química da cinza de casca de arroz (em %) (modificado de CONSOLI *et al.*, 2019)

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	MgO	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O	Outros
93,6	0,26	1,20	0,20	2,91	ND	0,40	ND	0,50	0,85	ND	0,10

ND = Não detectado

Para a cinza de casca de arroz identificam-se elevados teores de sílica seguido por pequenas presenças de outros elementos, como óxidos de potássio e cálcio. Os altos teores de sílica seguem resultados observados por outros autores (DETPHAN & CHINDAPRASIRT, 2009; KIM *et al.*, 2014; SERVI *et al.*, 2019b; SALONI *et al.*, 2020). A presença de óxidos de potássio e cálcio podem ser derivados da utilização de fertilizantes e outros aditivos químicos durante a etapa de cultivo do arroz (NASCIMENTO *et al.*, 2015).

A Figura 3.7 explicita a análise de difração de raios-X, que indica presença de cristobalita (SiO<sub>2</sub>) como mineral dominante. Kim *et al.* (2014) e Saloni *et al.* (2020) em estudos envolvendo análises de difratometria de raios X em cinzas de casca de arroz, indicam, além da presença de cristobalita, a presença de picos de quartzo na composição do material que podem ser verificados para materiais submetidos a condições de queima não controlados.

As partículas constituintes da cinza de casca de arroz são identificadas na Figura 3.8, através da microscopia eletrônica de varredura. É possível verificar a granulometria variada das partículas, tendo, as maiores, formatos alongados e contorcidos. Com aumento no grau de análise (Figura 3.8b) constata-se a estrutura porosa, das partículas, sendo isto resultado da remoção de constituintes orgânicos (*e.g.*, lignina, celulose) da casca durante o processo de calcinação (DELLA *et al.*, 2001).

Com uso do detector de energia dispersiva nas partículas expostas na Figura 3.8b avaliam-se, de forma semiquantitativa, os elementos químicos presentes. A Figura 3.9 ilustra os valores de intensidade normalizados para as três análises realizadas, sendo os percentuais semiquantitativos de massa apresentados na Tabela 3.7.

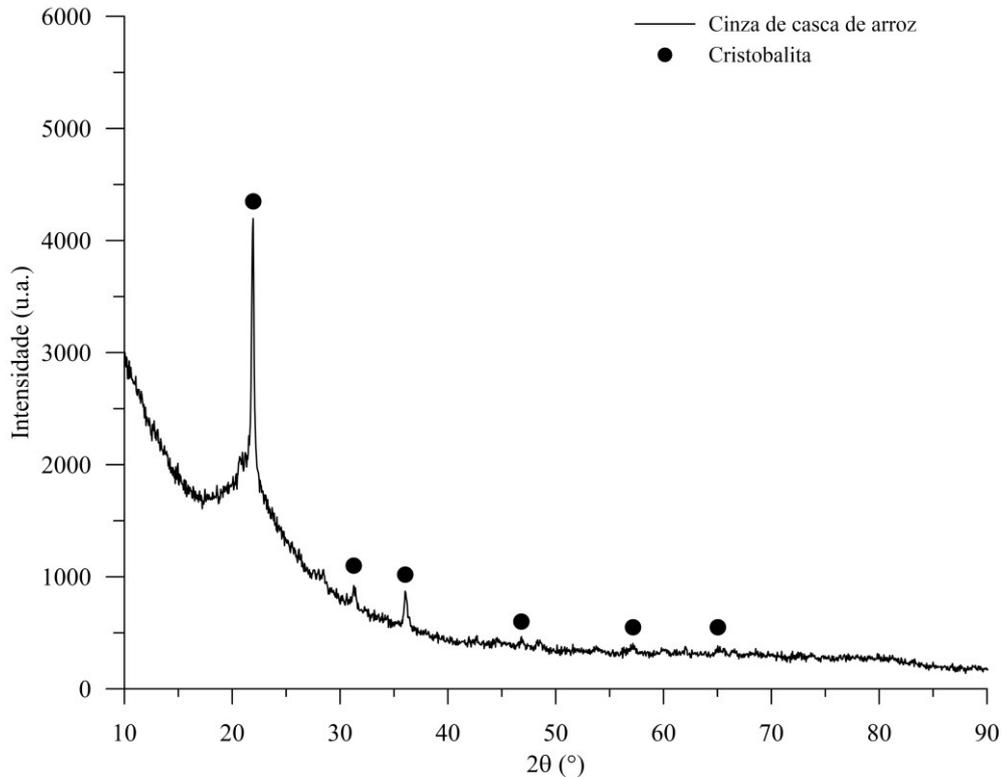


Figura 3.7 – DRX da cinza de casca de arroz

O percentual semiquantitativo em massa das áreas pela detecção de energia dispersiva verifica composições elementares de silício, oxigênio, carbono e potássio, sendo os dois primeiros em função da sílica presente no material. Cabe destacar que não foram percebidos picos de intensidade de cálcio, como esperava-se, tomando como base o espectrograma de raios-X apresentados por Consoli *et al.* (2019).

Para a área de análise 1 constata-se uma elevada intensidade de carbono, podendo indicar a presença de partículas de casca de arroz pouco ou não queimadas, devido à baixos períodos ou más condições de calcinação empregados. Para as áreas 2 e 3 são identificados majoritariamente picos de silício e oxigênio, com baixas presenças de carbono e potássio.

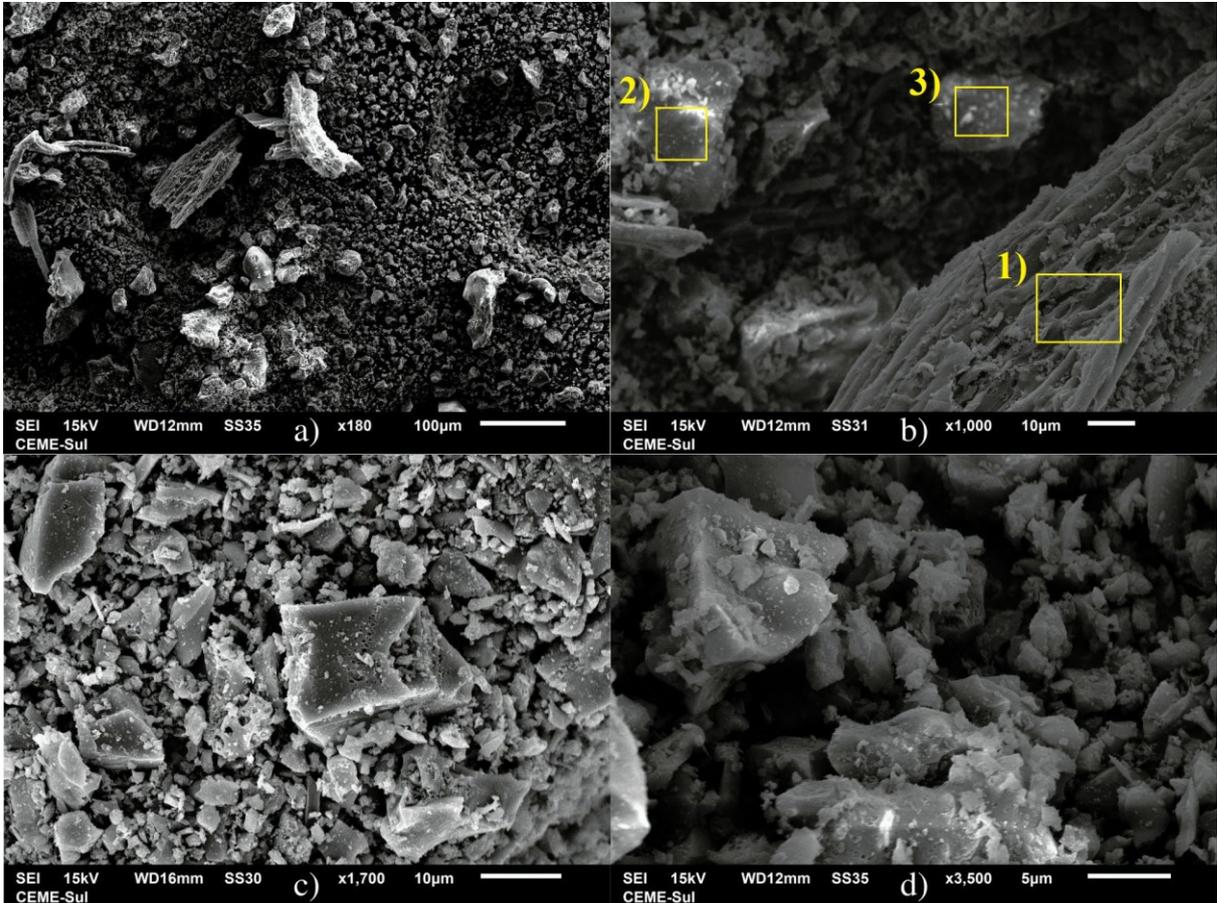


Figura 3.8 – MEV da cinza de casca de arroz nas magnitudes: 180 (a), 1000 (b), 1700 (c) e 3500 (d) vezes

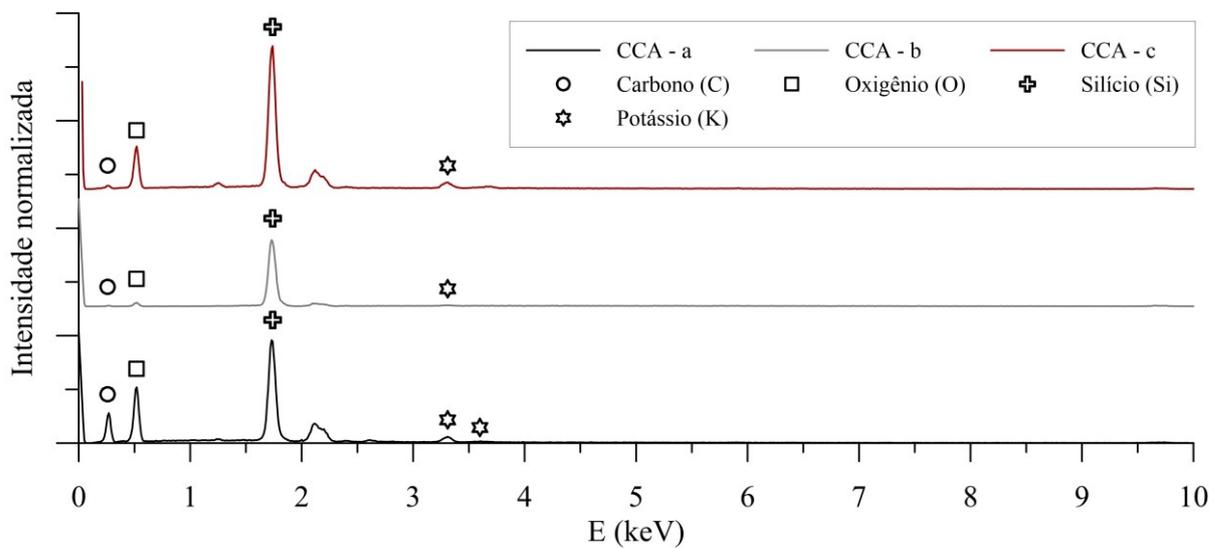


Figura 3.9 - EDS de partículas de cinza de casca de arroz

Tabela 3.7 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro

EDS	Si	O	C	K
1	31,0	42,1	23,4	3,5
2	80,0	13,5	4,6	1,9
3	52,0	37,6	4,8	5,6

### 3.1.3 Cal de carbureto

A cal de carbureto (CC) é um resíduo originário do processo produtivo do gás acetileno, sendo obtido de uma empresa localizada no município de Esteio, Rio Grande do Sul, Brasil. Nesta empresa a geração de cal de carbureto atinge patamares de aproximadamente 2200 toneladas/ano (BRUSCHI, 2020).

Para o estudo, o material foi coletado na empresa, sendo verificado um alto teor de umidade. Em laboratório, o produto foi seco em estufa com temperatura controlada de 60°C por um período de 48 horas. Após o procedimento, foi realizado o destorroamento do material. Com a finalidade de garantir um controle do diâmetro máximo dos grãos deste resíduo, procedeu-se um processo de peneiramento utilizando uma malha de abertura de 75µm (*mesh* #200), com auxílio de agitador de peneiras com tempo controlado de 15 minutos. Após o procedimento, acondicionou-se o material em embalagens herméticas e, por fim, armazenou-se o material em local seco, de modo a evitar possíveis efeitos de ganhos de umidade, contaminação por outros materiais e/ou carbonatação (formação de CaCO<sub>3</sub>), devido a reação do óxido de cálcio com o dióxido de carbono presente na atmosfera.

A cal de carbureto utilizada neste estudo é alvo de pesquisa do PPGEC/UFRGS, podendo-se destacar trabalhos recentes: Saldanha *et al.* (2016, 2018), Consoli *et al.* (2019), Bruschi (2020), Corrêa *et al.* (2021) e Martinatto (2021).

A curva granulométrica da cal de carbureto é apresentada na Figura 3.10. A Tabela 3.8 explicita as características físicas da cal de carbureto, com resultados de peso específico real dos grãos e as frações granulométricas do material.

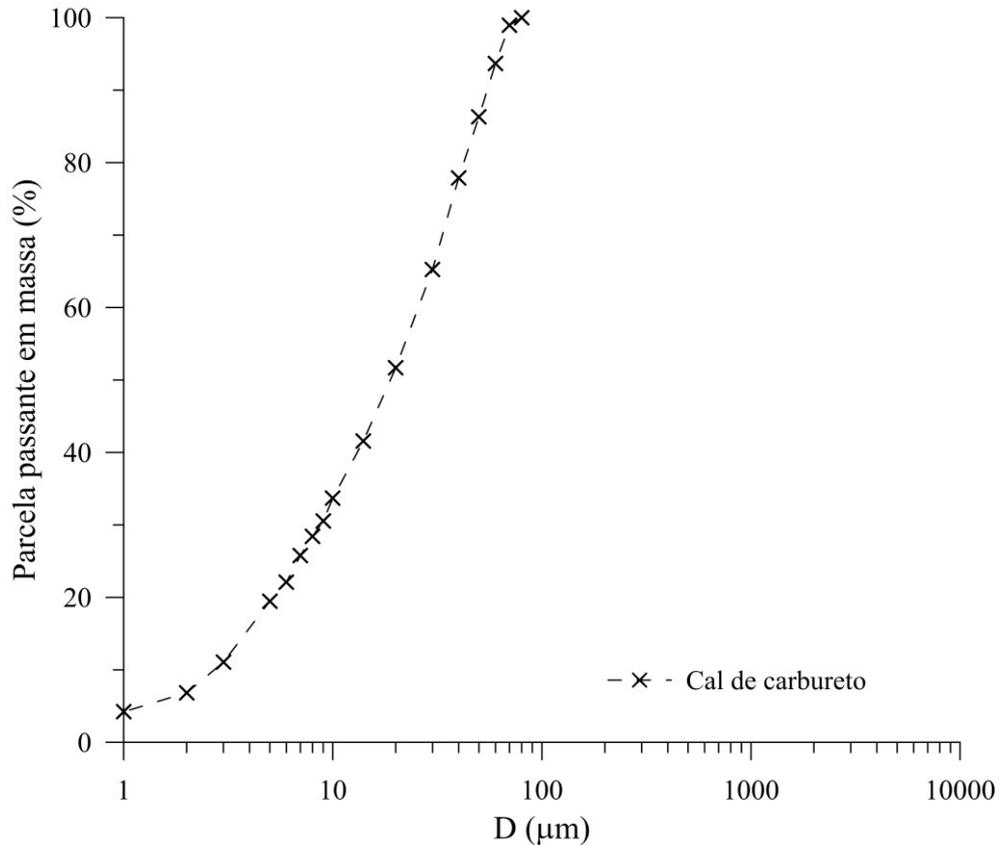


Figura 3.10 – Curva granulométrica da cal de carbureto obtido por granulometria à laser

Tabela 3.8 – Propriedades físicas da cal de carbureto

Propriedade	Limites	Resultado	Referência
Areia grossa	$600 \leq D < 2000 \mu\text{m}$	0,0%	NBR 6502 (ABNT, 1995)
Areia média	$200 \leq D < 600 \mu\text{m}$	0,0%	
Areia fina	$60 \leq D < 200 \mu\text{m}$	6,3%	
Silte	$2 \leq D < 60 \mu\text{m}$	86,9%	
Argila	$D < 2 \mu\text{m}$	6,8%	
Peso específico real dos grãos (kN/m <sup>3</sup> )	-	21,95	NBR 16605 (ABNT, 2017)

A curva granulométrica da cal de carbureto apresenta semelhança com tamanho de grãos análogos a um solo siltoso convencional, com pequenas presenças de fração areia e argila. Em relação ao peso específico real dos grãos, é verificado um valor inferior ao encontrado para materiais geotécnicos convencionais e semelhante ao relatado por Saldanha *et al.* (2018).

Saldanha *et al.* (2018) avaliaram a composição química de cal de carbureto de semelhante origem da cal empregada no presente estudo. A Tabela 3.9 ilustra os resultados obtidos pelos autores através de espectrometria de fluorescência de raios-X.

Tabela 3.9 – Composição química da cal de carbureto (em %) (modificado de SALDANHA *et al.*, 2018)

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SO <sub>3</sub>	MgO	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O
3,10	0,46	74,00	0,26	ND	-	0,54	0,72	-	-	ND

ND = Não detectado

A Tabela 3.9 apresenta a composição química de cal de carbureto obtida a partir de ensaio de espectrometria de fluorescência de raios X. Os resultados indicam elevados teores de óxido de cálcio seguido por baixas presenças de outros elementos, como óxidos de silício, alumínio, enxofre, magnésio e ferro. A composição química da cal de carbureto é semelhante à verificada por outros autores na literatura (HORPIBULSUK *et al.*, 2013; JIANG *et al.*, 2016).

A Figura 3.11 expõe a análise de difração de raios X, que indica presença de portlandita (Ca(OH)<sub>2</sub>), calcita (CaCO<sub>3</sub>) e grafite (C) como minerais dominantes, semelhante ao verificado por outros autores (SALDANHA *et al.*, 2018).

A morfologia da cal de carbureto, verificada através da microscopia eletrônica de varredura em diversas magnitudes, é apresentada na Figura 3.12. É constatado a granulometria variada do material, com presença de partículas inferiores à 1 µm, em consonância com a curva granulométrica ilustrada na Figura 3.10.

É avaliado o percentual semiquantitativo de massa dos elementos químicos, através da detecção de energia dispersiva nas partículas de cal de carbureto observadas na Figura 3.12d. Os resultados de intensidade são ilustrados na Figura 3.13 e destacados na Tabela 3.10.

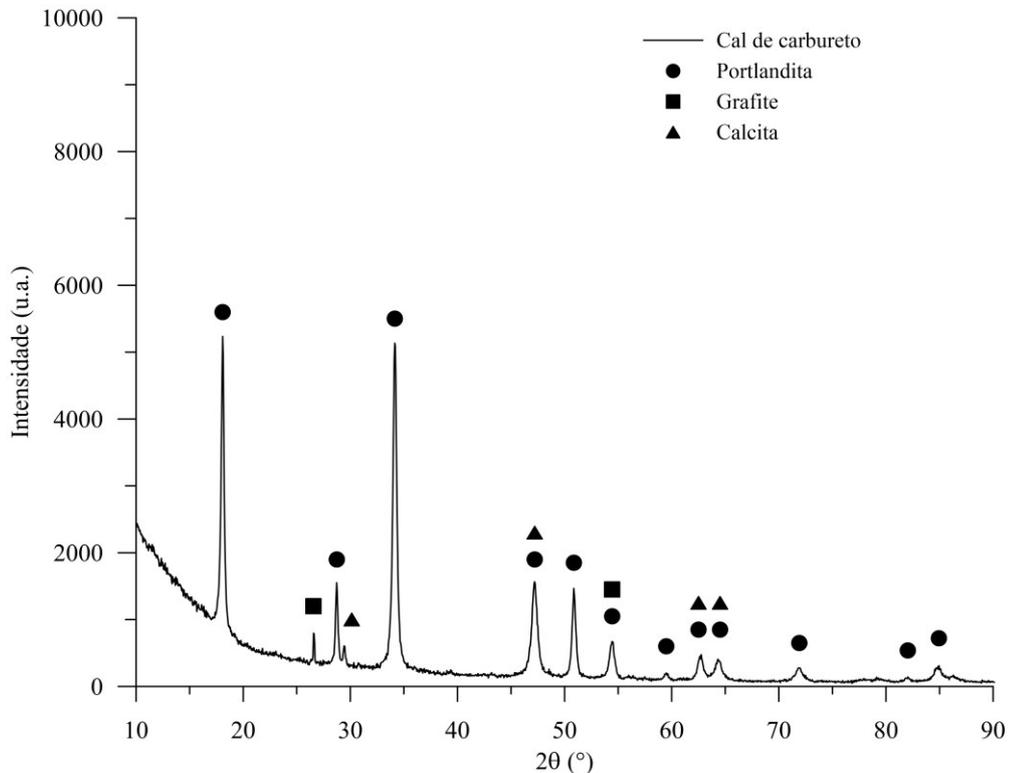


Figura 3.11 – DRX da cal de carbureto

Com base nos resultados de detecção de energia dispersiva observados na Tabela 3.10, tomando como referência partículas presentes na Figura 3.12d, verifica-se presença majoritária de elementos de cálcio e oxigênio, com baixas presenças de carbono. Os três elementos identificados são constituintes da portlandita e da calcita, sendo estas presenciadas na difratometria de raios-X.

Os resultados analisados de microscopia eletrônica de varredura e detecção de energia dispersiva consonam com a difratometria de raios-X desenvolvida e com a espectrometria de raios-X explicada por Saldanha *et al.* (2018). A disponibilidade de portlandita destaca o potencial uso da cal de carbureto como substituta da cal hidratada para utilização como fonte de cálcio para estabilização de solos.

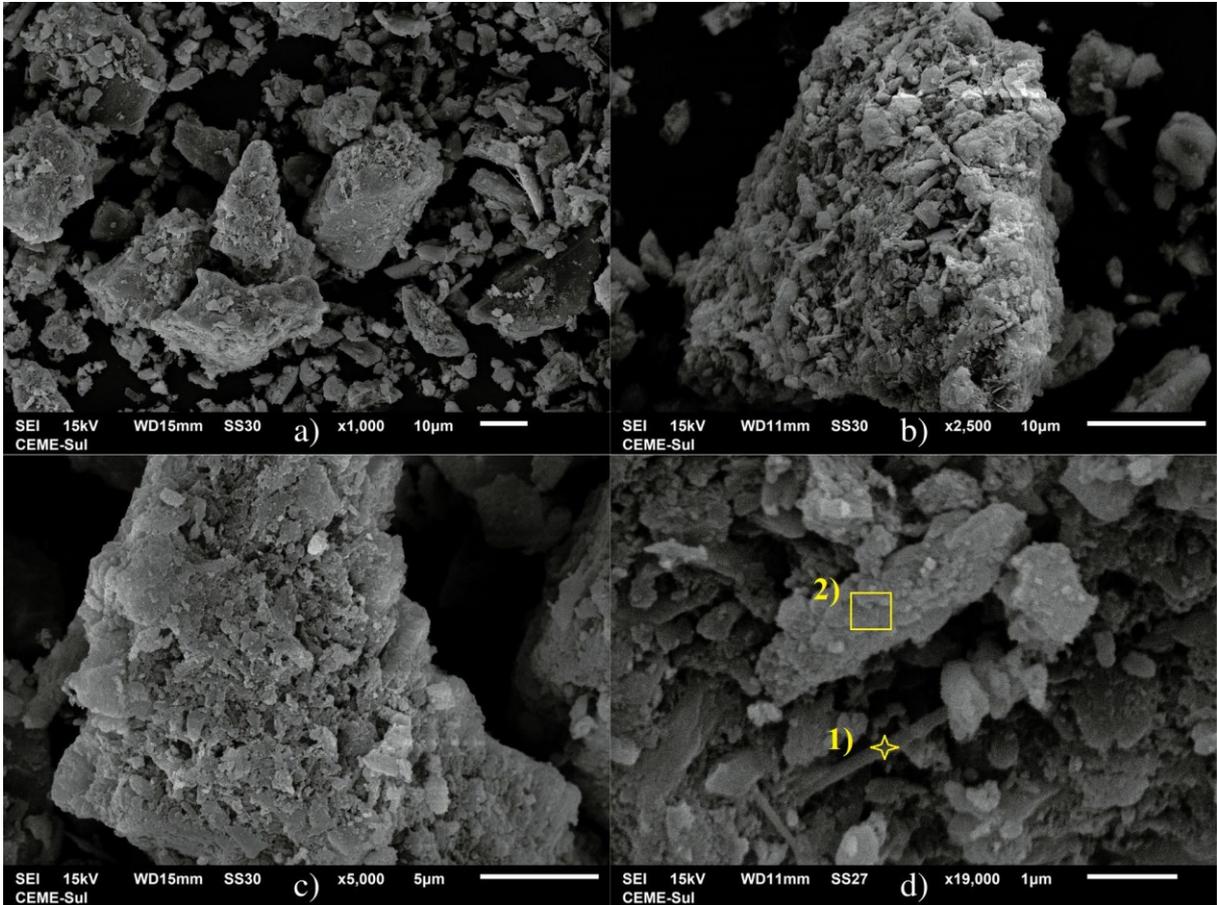


Figura 3.12 – MEV da cal de carbureto nas magnitudes: 1000 (a), 2500 (b), 5000 (c) e 19000 (d) vezes

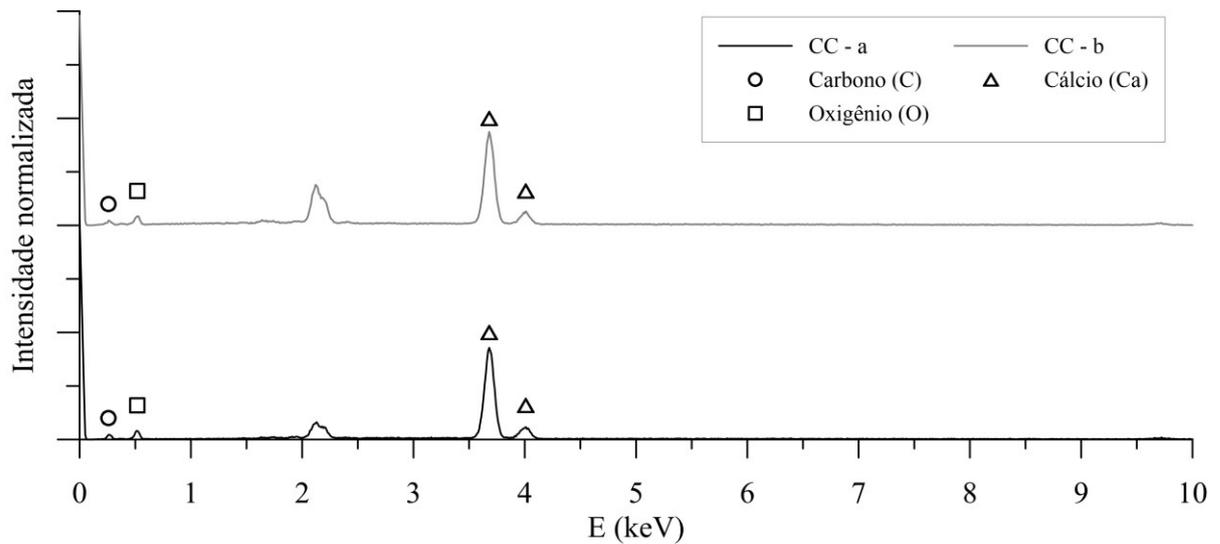


Figura 3.13 – EDS de partículas de cal de carbureto

Tabela 3.10 – Percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas de resíduo de minério de ferro

EDS	Ca	O	C
1	79,4	19,2	1,4
2	79,8	18,9	1,3

### 3.1.4 Cimento Portland de alta resistência inicial

O cimento Portland de alta resistência inicial (CP) utilizado é um produto aglomerante comercial, sendo fabricado por uma empresa localizada no município de Esteio, Rio Grande do Sul, Brasil e comercializado comumente na região do estado.

O cimento Portland de alta resistência inicial diferencia-se de outros tipos de cimentos Portland, devido a alteração nas dosagens de calcário e argila na produção do clínquer, contendo baixas ou nulas adições em sua composição (casos excepcionais podem conter até 5% de material carbonático). Este tipo de aglomerante é indicado para obras que necessitam de elevadas resistências mecânicas com curtos períodos de cura, alcançando resistências à compressão superiores a 14 MPa com um dia de cura (ABNT NBR 16697, 2018).

Para o estudo, o material foi obtido em um saco único de 50 kg pronto para uso. Em laboratório, armazenou-se o produto em local seco, de modo a evitar possíveis ganhos de umidade, inibindo o desenvolvimento de reações com a umidade do ar, e/ou contaminação por outros materiais.

A curva granulométrica do cimento Portland de alta resistência inicial é exibida na Figura 3.14. A Tabela 3.11 explicita as características físicas do cimento Portland de alta resistência inicial, com resultados de peso específico real dos grãos e comparativo de frações granulométricas com os limites estabelecidos para solos segundo a NBR 6502 (ABNT, 1995).

De acordo com a curva granulométrica do cimento Portland de alta resistência inicial, é possível destacar que o material apresenta tamanho de grãos análogos a um solo siltoso convencional. Em relação ao peso específico real dos grãos, é verificado um valor superior ao encontrado para materiais geotécnicos convencionais.

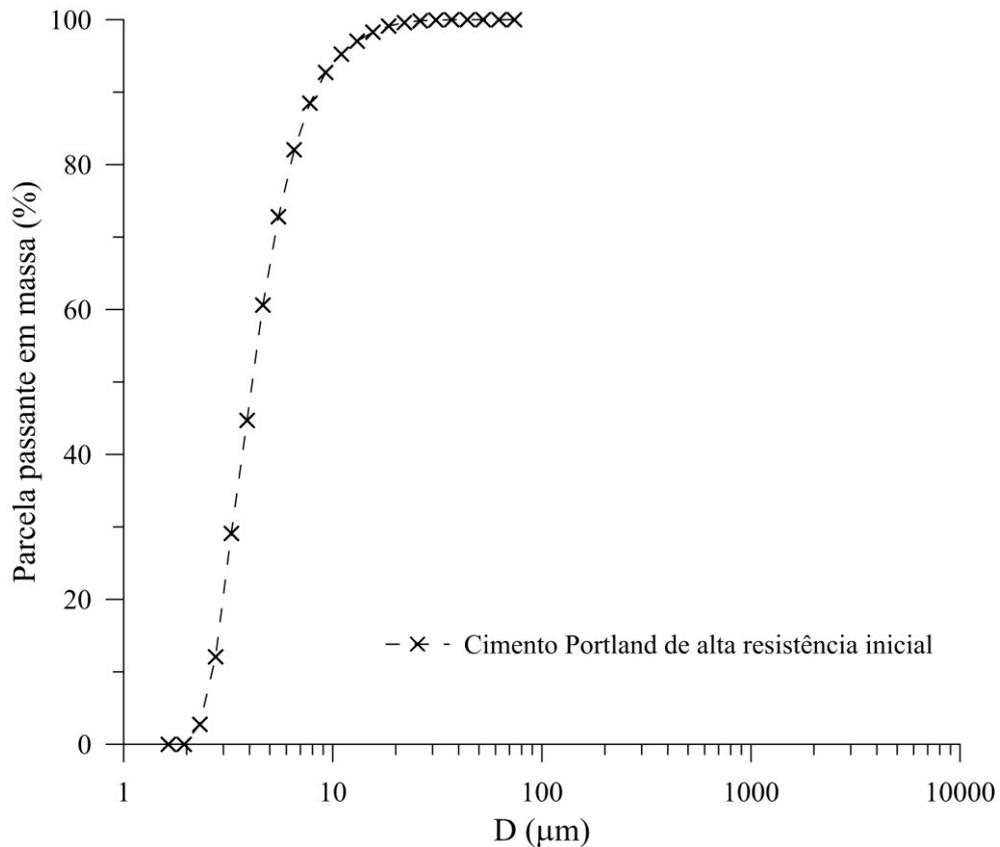


Figura 3.14 – Curva granulométrica do cimento Portland obtido por granulometria à laser

Tabela 3.11 – Propriedades física do cimento Portland de alta resistência inicial

Propriedade	Limites	Resultado	Referência
Areia grossa	$600 \leq D < 2000 \mu\text{m}$	0,0%	NBR 6502 (ABNT, 1995)
Areia média	$200 \leq D < 600 \mu\text{m}$	0,0%	
Areia fina	$60 \leq D < 200 \mu\text{m}$	0,0%	
Silte	$2 \leq D < 60 \mu\text{m}$	100,0%	
Argila	$D < 2 \mu\text{m}$	0,0%	
Peso específico real dos grãos (kN/m <sup>3</sup> )	-	29,80	NBR 16605 (ABNT, 2017)

Devido ao rigoroso processo industrial na fabricação de cimentos Portland, optou-se pela não realização de ensaios de avaliação química e mineralógica (*e.g.*, espectrograma de raios-X, difratograma de raios-X e microscopia eletrônica de varredura), tendo em vista tais parâmetros são comumente verificados na literatura.

### 3.1.5 Hidróxido de sódio

O hidróxido de sódio (SH) utilizado como ativador alcalino é fornecido por uma empresa do município de Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. O material é apresentado em micropérolas de pureza analítica de 98% e sua composição é formada por 77,5% de óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) e 22,5% de água ( $\text{H}_2\text{O}$ ). De acordo com o fabricante, este composto é altamente tóxico e corrosivo, tendo ponto de fusão igual a  $318^\circ\text{C}$ . É possível destacar ainda, a alta solubilidade em água e a dissolução do tipo exotérmica, liberando energia na forma de calor.

Para o presente estudo, o uso do hidróxido de sódio tem como função fornecer óxidos de sódio para desenvolvimento do ligante álcali-ativado. Desta forma, optou-se pela dissolução do hidróxido de sódio em água destilada com molalidade constante de  $4 \text{ mol}_{(\text{NaOH})}/\text{kg}_{(\text{H}_2\text{O})}$ , tal valor atende o consumo de água mínimo buscado no presente trabalho.

### 3.1.6 Silicato de sódio

O silicato de sódio (SS) utilizado como ativador alcalino é fornecido por uma empresa do município de Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil. As propriedades físico-químicas do silicato de sódio são apresentadas na Tabela 3.12. O silicato de sódio é classificado como alcalino devido ao nível de módulo elevado.

Tabela 3.12 – Propriedades físico-químicas do silicato de sódio (Fornecedor)

Testes	Especificações	Resultados
Aparência Física	Líquido viscoso	Conforme
Densidade – $25^\circ\text{C}$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,57 – 1,60	1,581
Graus ( $^\circ\text{Be}$ )	52,00 – 54,20	53,28
$\text{Na}_2\text{O}$ (%)	14,00 – 16,00	14,95
Módulo – $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	2,10 – 2,20	2,155
$\text{SiO}_2$ (%)	31,00 – 34,00	32,22
Sólidos (%)	45,00 – 50,00	47,17
Umidade (%)	50,00 – 55,00	52,83

## 3.2 METODOLOGIA DE PESQUISA

Neste item são apresentados os diferentes procedimentos, técnicas instrumentais, equipamentos e normativas empregadas para avaliação de parâmetros mecânicos, mineralógicos e microscópicos avaliados na pesquisa. Inicialmente, serão descritas, de forma resumida, cada uma das etapas do estudo, posteriormente, cada uma das etapas são apresentadas detalhadamente. Por fim, são expostos os procedimentos experimentais do estudo.

O programa experimental foi dividido em quatro etapas distintas, buscando uma melhor organização e entendimento dos aspectos analisados. A Tabela 3.13 apresenta, de modo sucinto, o programa experimental.

A primeira etapa propõe apresentar a caracterização física, química e mineralógica dos materiais estudados, a partir de ensaios de laboratório. De modo complementar, serão traçados comparativos com dados relatados na literatura.

A segunda etapa busca avaliar, a partir de um projeto de experimentos, os efeitos de dosagem dos materiais precursores sólidos (CCA e CC) e das soluções ativadores (SH e SS) na produção um ligante álcali-ativado alternativo. Posteriormente, com base em projeto composto de segunda ordem, realiza-se a otimização das variáveis controláveis, objetivando a maximização do comportamento mecânico.

A terceira etapa visa, com base em um projeto de experimentos, verificar os efeitos de tempo de cura, porosidade e teor de agente aglomerante na resposta mecânica de misturas de resíduo de mineração e diferentes agentes cimentantes. Nesta etapa serão utilizados como materiais em estudo: (i) resíduo de minério de ferro; (ii) ligante alternativo álcali-ativado (dosagem ótima definida na segunda etapa); e (iii) cimento Portland de alta resistência inicial.

A quarta etapa objetiva a correlação da resposta mecânica das misturas de resíduo de agentes aglomerantes com o parâmetro porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{iv}$ ). De modo complementar serão traçados comparativos com outros estudos, bem como, correlações entre os parâmetros mecânicos analisados.

Tabela 3.13 – Programa experimental

<b>Etapa</b>	<b>Materiais</b>	<b>Procedimentos</b>
<b>1º etapa</b>	<b>Caracterização dos materiais</b>	Análise granulométrica
		Peso específico real dos grãos
		RMF
		Limites de Atterberg
		CCA
		Compactação
<b>2º etapa</b>	<b>Dosagem do ligante alternativo</b>	Espectrometria de fluorescência de raios-X <sup>1</sup>
		Difratometria de raios-X <sup>2</sup>
		Microscopia eletrônica de varredura <sup>2</sup>
		Detecção de energia dispersiva <sup>2</sup>
		Pastas:
		Projeto de experimentos (otimização)
<b>3º etapa</b>	<b>Estudo rejeito-agentes aglomerantes</b>	Resistência à compressão simples
		Consistência normal
		Tempo de pega
		Misturas:
		Resíduo + Ligante álcali-ativado
		Projeto de experimentos
<b>4º etapa</b>	<b>Compatibilização com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante (<math>\eta/B_{iv}</math>)</b>	Resistência à compressão simples
		Resistência à tração na compressão diametral
		Durabilidade
		Misturas:
		Resíduo + Ligante álcali-ativado
		-
	Resíduo + Cimento Portland	

1 Análise realizada para o resíduo de minério de ferro, enquanto que para cinza de casca de arroz e cal de carbureto são obtidos dados da literatura. Em relação ao cimento Portland de alta resistência inicial não se realiza avaliação de dados.

2 Análise realizada para resíduo de minério de ferro, cinza de casca de arroz e cal de carbureto. Em relação ao cimento Portland de alta resistência inicial não se realiza avaliação de dados.

A elaboração de um projeto de experimentos, analisando em detalhes as variáveis fixas e controláveis, é fundamental para o entendimento das variáveis respostas. No presente estudo, as diferentes etapas apresentam diversos fatores que afetam as análises respostas. Sendo assim, explicita-se a seguir com detalhes os procedimentos adotados em cada etapa.

### 3.2.1 Etapa 1

Nesta etapa objetiva-se apresentar com detalhes as propriedades físicas, químicas e mineralógicas do resíduo de minério de ferro, cinza de casca de arroz e cal de carbureto. Como há um alto rigor tecnológico empregado na produção do cimento Portland de alta resistência inicial, realizam-se somente análises de caráter físico.

A análise granulométrica do resíduo de minério de ferro será desenvolvida a partir de ensaios de peneiramento e sedimentação, de forma similar ao desenvolvido para materiais geotécnicos convencionais. Entretanto, para os demais materiais, o estudo será realizado através de granulometria à laser, de modo a não haver influência da água nos resultados obtidos.

O peso específico real dos grãos apresenta mesma distinção adotada para os ensaios de análise granulométrica, utilizando o picnômetro com água para o resíduo de minério de ferro e o frasco volumétrico de *Le Chatelier* com fluido não reagente para cinza de casca de arroz, cal de carbureto e cimento Portland de alta resistência inicial.

Os ensaios de limites de Atterberg, avaliando limites de liquidez e de plasticidade, serão desenvolvidos para o resíduo de minério de ferro. Tal feito objetiva verificar o comportamento mecânico do material frente à diferentes condições de umidade.

Os estudos de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difratograma de raios-X (DRX) são desenvolvidos para compreender os componentes presentes nos materiais utilizados. O uso de detector de energia dispersiva objetiva avaliar, através de análise semiquantitativa, a composição elementar em massa dos materiais.

A fluorescência de raios-X será realizada para o resíduo de minério de ferro, de modo, a verificar os elementos em forma de óxidos, constituintes do material. Para os demais materiais não será desenvolvido este estudo, por serem materiais amplamente apresentado na literatura.

Por fim, são avaliados parâmetros Proctor de compactação para o resíduo de minério de ferro, a partir das energias normal e modificada. Tais parâmetros são referência para desenvolvimento do estudo geotécnico de misturas resíduo de mineração e agentes aglomerantes.

### 3.2.2 Etapa 2

Nesta etapa tem-se o estudo de dosagem do ligante álcali-ativado, de modo a verificar a maximização da resposta de resistência à compressão simples. Para o estudo desta etapa aplica-se uma abordagem experimental, baseada em conceitos estatísticos de projeto de experimentos.

O planejamento experimental desta etapa desenvolve-se, inicialmente, com base em um projeto fatorial  $2^k$  com adição de ponto central, a fim de verificar a influência das variáveis controláveis nas variáveis respostas e a presença de um possível comportamento não linear da resposta. Caso detectada a significância da curvatura no modelo, parte-se para adição de pontos axiais, com a função de determinar os efeitos quadráticos e a sua significância. Por fim, a dosagem ótima do ligante álcali-ativado é obtida a partir da metodologia de superfície de resposta, que engloba tanto os pontos fatoriais e central, empregados para o projeto fatorial  $2^k$ , quanto os pontos axiais.

Nesse cenário, o estudo parte de um projeto fatorial  $2^k$  com aplicação de três variáveis (massa de cal por massa de precursor, massa de óxido de sódio por massa de precursor e módulo de sílica do ativador alcalino) controláveis em dois níveis (alto e baixo). Inicialmente, tem-se o desenvolvimento de oito pontos fatoriais e um ponto central. Caso verificada a presença de curvatura no comportamento resposta adicionam-se seis pontos axiais de face centrada ( $\alpha = 1$ ), ou seja, de níveis máximo e mínimo idênticos aos fixados para os pontos fatoriais. São adotadas três réplicas para os pontos fatoriais e axiais e seis repetições para o ponto central, de modo a aumentar os graus de liberdade do termo de erro e diminuir o erro experimental.

As variáveis controláveis são de fundamental importância para o estudo, neste contexto os níveis (baixo, central e alto) adotados são:

- a) Teor em massa de cal por precursor (CC/PR): os níveis (10, 20 e 30%) determinados são fixados por serem verificados como ideais para misturas com materiais pozolânicos por diversos autores na literatura (RUVÉR *et al.*, 2013; SERVI *et al.*, 2019a);
- b) Teor em massa de óxidos de sódio por precursor (%Na<sub>2</sub>O): os níveis (2, 4 e 6%) determinados são definidos para manter um sistema moderadamente alcalino, de modo a não diminuir a solubilidade da portlandita (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ *et al.*, 2006);

- c) Módulo de sílica ( $M_s$ ): os níveis (0,7, 1,2 e 1,7) são estabelecidos com a finalidade de obter sílica solúvel em dosagens ideais para desenvolvimento de reações químicas de cimentação com curtos períodos de cura (MONCALEANO, 2021).

Para que se possa desenvolver um projeto de experimentos confiável é necessário estabelecer algumas variáveis fixas, de modo a diminuir a incerteza à cerca das variáveis respostas obtidas. Em relação ao hidróxido de sódio foi estabelecido, de modo experimental, o valor de concentração de 4 molal (mol de soluto por quilo grama de solvente) de soluto (hidróxido de sódio) em solvente (água). Para avaliação do comportamento mecânico de agentes aglomerantes é ideal a fixação de condições ambientais, sendo adotado para o estudo: (i) temperatura de cura de 23 ( $\pm 2$ ) °C; e (ii) umidade relativa do ar superior à 70% para cura.

Para as pastas álcali-ativadas adotou-se uma relação de massa de água por massa de agente aglomerante sólido (a/c) de 0,50, sendo obtido de modo experimental, com a finalidade de garantir uma boa trabalhabilidade na moldagem. Por fim, realizou-se o ensaio de resistência à compressão simples para um período de cura de 7 dias, objetivando obter-se resultados em curtos períodos de cura.

Em relação a ligantes álcali-ativados, na literatura (ODERJI *et al.*, 2019; SALONI *et al.*, 2020), comumente, verificam-se tempos de pega (*i.e.*, tempo necessário para o agente cimentante desenvolver reações químicas capazes de aumentar a viscosidade e, conseqüentemente, apresentar elevação na rigidez) inferiores aos observados para cimentos Portland. Tal condição pode vir a ser problemática no emprego práticos destes agentes.

Desta forma, em posse das variáveis controláveis de otimização mecânica do ligante álcali-ativado, realiza-se ensaio de tempo de pega, comparando com materiais convencionais constatados na literatura. A análise de consistência normal é desenvolvida com a finalidade de que os resultados de tempo de pega observados possam ser comparados com outros trabalhos da literatura nacional.

As variáveis controláveis, fixas e respostas da segunda etapa são apresentadas na Tabela 3.14.

Tabela 3.14 – Variáveis controláveis, fixas e respostas da etapa 2

Variáveis controláveis	Nomenclatura	Níveis		
		-1 (baixo)	0 (central)	+1 (alto)
Teor em massa de cal por precursor	CC/PR	10%	20%	30%
Teor de óxido de sódio	%Na <sub>2</sub> O	2%	4%	6%
Módulo de sílica	Ms	0,7	1,2	1,7
Variáveis fixas	Nomenclatura	Nível		
Precursores	CCA	Cinza de casca de arroz		
	CC	Cal de carbureto		
Ativadores alcalinos	SH	Hidróxido de sódio		
	SS	Silicato de sódio		
Molalidade da solução de SH (molal)	W	4		
Temperatura de cura (°C)	t <sub>c</sub>	23 ± 2		
Umidade relativa	UR	≥ 70%		
Fator água por agente aglomerante	a/c	0,50		
Tempo de cura (dias)	T	7		
Variável resposta				
Resistência à compressão simples (q <sub>u</sub> )				
Consistência normal (C <sub>n</sub> ) (ligante álcali-ativado otimizado)				
Tempo de pega (t <sub>p</sub> ) (ligante álcali-ativado otimizado)				

### 3.2.3 Etapa 3

Nesta etapa avalia-se a resposta mecânica de resíduo de minério de ferro estabilizado com agente aglomerante tradicional (cimento Portland de alta resistência inicial) e agente aglomerante alternativo (ligante álcali-ativado). O estudo do comportamento mecânico é realizado a partir de ensaios de resistência à compressão simples, resistência à tração na compressão diametral e durabilidade por ciclos de molhagem e secagem, aplicando diferentes porosidades, tempos de cura, tipos e teores de agentes aglomerantes.

O estudo da terceira etapa é pautado em um planejamento experimental, a partir de um projeto fatorial 2<sup>k</sup> sem utilização de ponto central. O objetivo da utilização desta técnica é avaliar o efeito e a significância das variáveis controláveis nas variáveis resposta.

Nesse cenário, o estudo é dividido em função do tipo de agente aglomerante e da variável resposta em análise. Para os ensaios de resistência mecânica (compressão simples e tração na compressão diametral) é adotado um projeto fatorial  $2^k$  com três variáveis controláveis (peso específico aparente seco da mistura, teor em massa de agente aglomerante e tempo de cura) em dois níveis (alto e baixo). Sendo assim, tem-se o desenvolvimento de oito pontos fatoriais com três repetições para cada ponto, de modo a aumentar os graus de liberdade do termo de erro e permitir uma avaliação mais precisa da variância experimental, totalizando 24 corpos de prova para cada uma das variáveis resposta.

Para os ensaios de durabilidade por ciclos de molhagem e secagem, não é atribuída a variável de tempo de cura, sendo desenvolvida uma análise única para sete dias de cura. Neste caso, é desenvolvido um projeto fatorial  $2^k$  com duas variáveis controláveis. Em relação a esta variável resposta, é atribuída somente uma repetição, em função do grande gasto de material atribuído aos elevados volumes dos corpos de prova quando comparados a corpos de provas utilizados para ensaios de resistência à compressão e a tração.

Para garantir um estudo estatístico confiável, são adotadas variáveis fixas, de modo a evitar incertezas relacionados aos resultados obtidos, bem como, garantir as condições para que possa haver reprodução futura do estudo. Sendo assim tem-se:

- a) Composição do ligante álcali-ativado (LA): determinada através do estudo de dosagem, sendo apresentada na Tabela 4.5;
- b) Molalidade da solução de hidróxido de sódio (W): 4 molal;
- c) Temperatura de cura ( $t_c$ ): 23 ( $\pm 2$ ) °C;
- d) Umidade relativa de cura (UR): superior à 70%;
- e) Teor de umidade de moldagem (w): definido em função do peso específico aparente seco, sendo adotado 11,4% para 19,2 kN/m<sup>3</sup> e 9,4% para 20,5 kN/m<sup>3</sup>.

Embora haja variação do teor de umidade de moldagem, este não é considerado uma variável controlável, devido ao fato que sua alteração é atrelada à variação do peso específico aparente seco, não havendo cruzamento da variação deste parâmetro com os demais. Sendo assim, para o presente estudo, o teor de umidade de moldagem é definido como uma variável fixa. Outro ponto que apoia tal decisão é dado tomando como base diversos autores (MARTINATTO, 2021; MONCALEANO, 2021) que constata a baixa significância estatística de alteração do teor de umidade para materiais geotécnicos predominantemente granulares na resposta de resistência mecânica, durabilidade e rigidez.

As variáveis controláveis, fixas e respostas da etapa quatro são apresentadas na Tabela 3.15.

Tabela 3.15 – Variáveis controláveis, fixas e respostas da etapa 3

<b>Variáveis controláveis</b>	<b>Nomenclatura</b>	<b>Níveis</b>
Peso específico aparente seco (kN/m <sup>3</sup> )	$\gamma_d$	19,2 e 20,5
Tipo de agente cimentante	-	CP e LA
Teor de agente cimentante	B	3% e 6%
Tempo de cura (dias) <sup>1</sup>	T	7 e 28
<b>Variáveis fixas</b>	<b>Nomenclatura</b>	<b>Nível</b>
Composição do LA ( <i>vide</i> Tabela 4.5)	CC/PR	25%
	%Na <sub>2</sub> O	4%
	M <sub>s</sub>	1
Molalidade da solução de SH (molal)	W	4
Temperatura de cura (°C)	t <sub>c</sub>	23 ± 2
Umidade relativa	UR	≥ 70%
Teor de umidade de moldagem	w	11,4% (para 19,2 kN/m <sup>3</sup> ) 9,4% (para 20,5 kN/m <sup>3</sup> )
<b>Variável resposta</b>		
Resistência à compressão simples (q <sub>u</sub> )		
Resistência à tração na compressão diametral (q <sub>t</sub> )		
Durabilidade por molhagem e secagem – Perda de massa acumulada (PMA)		

<sup>1</sup> Tempo de cura de 7 e 28 dias para ensaios de q<sub>u</sub> e q<sub>t</sub>, para ensaio de PMA somente tempo de cura de 7 dias

### 3.2.4 Etapa 4

Diversos fatores influenciam no comportamento mecânico de materiais geotécnicos artificialmente cimentados (FOPPA, 2005; WINTER, 2018). Ademais, para efeitos práticos de aplicação, é necessário verificar o parâmetro mecânico a qual será utilizado para desenvolvimento do projeto.

Neste cenário, a última etapa do estudo visa estabelecer correlações matemáticas entre as variáveis respostas analisadas (*i.e.*, resistência à compressão simples, resistência à tração na compressão diametral, durabilidade) com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante. Tal estudo auxilia na previsão do comportamento de materiais geotécnicos artificialmente cimentados, de modo a atribuir mais confiabilidade para processos de dosagem.

Através das equações de ajuste obtidas, realiza-se o comparativo do resíduo de mineração estabilizado com distintos agentes aglomerantes. Concomitantemente, avalia-se o potencial de correlação entre os parâmetros mecânicos, devido à presença do índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante comum a estes.

## 3.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

A seguir serão apresentados os procedimentos inerentes aos ensaios propostos no programa experimental. Para as análises pautadas em normativas nacionais e/ou internacionais não será realizada uma descrição detalhada, tendo em vista que tais documentos cumprem essa função. Para os demais estudos, baseados em trabalhos diversos da literatura e/ou em experiência de laboratório não documentada, será explicitada a técnica adotada em detalhes.

### 3.3.1 Análise granulométrica

O procedimento de análise granulométrica do resíduo de minério de ferro divide-se no processo de peneiramento e sedimentação, seguindo especificações da NBR 7181 (ABNT, 2016). Com base na NBR 6502 (ABNT, 1995), realizam-se comparativos das frações granulométricas do resíduo com solos convencionais.

Para cinza de casca de arroz, cal de carbureto e cimento Portland de alta resistência inicial, obtêm-se as curvas granulométricas a partir de um analisador de difração a laser para caracterização de partículas. O equipamento utilizado é Microtrac S3500 com três diodos de laser vermelhos, tendo capacidade de medição de partículas de 0,02 à 2800  $\mu\text{m}$ . As análises foram feitas no Laboratório de Engenharia Costeira (LEC) da FURG.

### 3.3.2 Peso específico real dos grãos

O ensaio para determinação do peso específico real dos grãos para o resíduo de minério de ferro é realizado seguindo os procedimentos da NBR 6458 (ABNT, 2016). Para cinza de casca de arroz, cal de carbureto e cimento Portland de alta resistência inicial, o ensaio segue as especificações da NBR 16605 (ABNT, 2017).

### 3.3.3 Ensaio Proctor de compactação

O ensaio Proctor de compactação é executado de acordo com os procedimentos da NBR 7182 (ABNT, 2020). A análise objetiva a verificação dos parâmetros de umidade ótima ( $w_{ot}$ ) e peso específico aparente seco máximo ( $\gamma_{dm\acute{a}x}$ ) para as energias normal e modificada.

### 3.3.4 Consistência normal

O ensaio de consistência normalmente tem como função determinar a razão de massa de água por massa de agente aglomerante seco, também nominado por teor água/aglomerante (a/c), necessário para manter a propriedade reológica de pastas (agente cimentante + água) constante. É um parâmetro-chave para o desenvolvimento de ensaios de tempo de pega.

Os procedimentos e especificações para execução do ensaio de consistência normal seguem a NBR 16606 (ABNT, 2018). Basicamente, o ensaio tem a função de determinar a razão entre massa de água e massa de agente aglomerante seco necessária para que a sonda de *Tetmajer* mantenha uma distância de 6 ( $\pm 1$ ) mm da placa-base.

### 3.3.5 Tempos de pega

Para agentes aglomerantes, o desenvolvimento de reações químicas causa uma alteração nas propriedades reológicas do material, apresentando um enrijecimento gradativo (ou aumento da viscosidade). Neste cenário, há dois instantes de importante análise, o tempo de início de pega e o tempo de final de pega.

O tempo de início de pega é tido como o tempo transcorrido entre o instante em que a água entra em contato com o agente cimentante e o momento em que é verificado o início da cristalização ou do endurecimento da pasta. Para fins práticos, este parâmetro é de fundamental análise, pois determina o tempo útil para terminar o processo de aplicação, ou seja, o tempo máximo entre o contato do agente aglomerante com água e o fim da aplicação da mistura. Após esse tempo, o manuseio da mistura cimentada pode acarretar em quebra de ligações formadas e potencial diminuição da resistência final. Cabe destacar que, no período compreendido como tempo inicial de pega, as reações desenvolvidas não atribuem elevado ganho de resistência mecânica, mas sim diminuição da trabalhabilidade e aumento da viscosidade da pasta.

O tempo de final de pega é compreendido como o período entre o contato do agente cimentante com água até o início do ganho de resistência mecânica. Após o tempo final de pega, a mistura cimentada denota elevada viscosidade, não apresentando trabalhabilidade.

No Brasil, os ensaios de tempos de pega são balizados pela NBR 16607 (ABNT, 2018).

### 3.3.6 Resistência à compressão simples

Os procedimentos adotados para o ensaio de resistência à compressão simples ( $q_u$ ) são diferentes em função de cada etapa em estudo, devido os diferentes tipos de materiais ensaiados. Sendo assim, tem-se um procedimento adotado para a etapa da dosagem do ligante alcali-ativado (etapa dois), através das pastas (agente aglomerante + água) de material, e outra para a etapa de estudo das misturas de resíduo de mineração e distintos agentes cimentantes. Neste contexto, têm-se os seguintes procedimentos:

(a) Pastas álcali-ativadas (segunda etapa): Não há normativas nacionais relacionadas a execução de ensaios de resistência à compressão simples para pastas (aglomerante + água), sendo assim toma-se como referência alguns procedimentos desenvolvidos de Lotero (2020) e soma-se a experiência adquirida no LGC da FURG. A mistura é dada de modo mecânico, sendo seguido o processo:

- (i) Adição dos materiais precursores na cuba metálica, acionamento da rotação em velocidade baixa por um período de 2 minutos;
- (ii) O misturador é parado, adicionam-se os ativadores alcalinos e a água necessária para atingir o teor água/aglomerante seco pré-estabelecido;
- (iii) O misturador é ligado na velocidade baixa de rotação por um período de 30 segundos, aumentando-se, posteriormente, para a velocidade alta de rotação por mais 30 segundos;
- (iv) O misturador é parado e com auxílio de uma espátula metálica retira-se a pasta da pá e das paredes da cuba metálica e mantém-se um repouso de 30 segundos;
- (v) Por fim, liga-se o misturador na velocidade baixa de rotação por um período de 30 segundos e após aumenta-se a velocidade para alta por um período de 60 segundos.

Os corpos de prova adotados são cilíndricos e tem medidas de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. O procedimento de moldagem é realizado com auxílio de uma mesa para consistência manual (*flow table*), colocando o molde metálico sobre a mesa, e preenchendo-o com a mistura devidamente dividida em quatro camadas, sendo aplicados 50 golpes de queda por camada. Os moldes metálicos preenchidos com a pasta são desmoldados após um período de cura de 24 horas, sendo envoltos em plástico filme, de modo a não haver perda de umidade. A execução do ensaio de resistência à compressão simples em uma prensa com capacidade de 300 kN com uma velocidade de deformação constante de 1,00 mm/min.

(b) Misturas de resíduo e agentes cimentantes (quarta etapa): O procedimento de preparação dos materiais, mistura, cura e ruptura das misturas seguem as recomendações e especificações da NBR 12025 (ABNT, 2012). De modo diferente ao estabelecido na normativa supracitada, os corpos de prova desenvolvidos têm dimensões de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura, de modo a compatibilizar as dimensões com outros trabalhos da literatura (CONSOLI *et al.*, 2013, 2019, 2022; RUVÉR *et al.*, 2013; SERVI *et al.*, 2019a) e comparar os resultados obtidos. A compactação é realizada de maneira estática em três camadas utilizando um molde de ferro fundido, de modo a atender o peso específico aparente seco pré-definido. A execução do ensaio de resistência à compressão simples em uma prensa com capacidade de 300kN com uma velocidade de deformação controlada de 1,00 mm/min.

Para todos os ensaios de resistência à compressão, as análises são realizadas em triplicatas e o critério de aceitação adotado é que as resistências individuais não devem desviar mais que 10% da resistência à compressão média.

### 3.3.7 Resistência à tração na compressão diametral

O ensaio de resistência à tração na compressão diametral ( $q_t$ ) segue procedimentos e recomendações da NBR 7222 (ABNT, 2011). A preparação das misturas de resíduo e agentes aglomerantes, bem como, os critérios de aceitação, são semelhantes aos adotados para o ensaio de resistência à compressão simples (*vide* subseção 3.3.6).

### 3.3.8 Durabilidade

O ensaio de durabilidade segue procedimentos e recomendações da ASTM D559 (2015), aplicando-se doze ciclos de molhagem, secagem e escovação. No Brasil, a norma utilizada para realização do ensaio é a NBR 13554 (ABNT, 2012), entretanto levam-se em consideração apenas seis ciclos, apresentando resultados muito conservadores e estando praticamente em desuso em comparação a literatura internacional (MARTINATTO, 2021).

Neste ensaio, os corpos de prova utilizado têm dimensões de 100 mm de diâmetro e 120 mm de altura, atendendo ao volume de 944 ( $\pm 11$ ) cm<sup>3</sup> definido pela ASTM D559 (ASTM, 2015). A compactação é realizada de maneira estática em três camadas utilizando um molde de ferro fundido, de modo a atender o peso específico aparente seco pré-definido.

Cada ciclo tem duração de 48 horas, sendo dividido como: (i) imersão em água durante um período de 5 horas; (ii) em estufa com temperatura controlada de 71 ( $\pm 3$ ) °C durante um período de 42 horas; e (iii) 1 hora de intervalo entre escovação e pesagem com a finalidade de avaliar a perda de massa. A escovação é dada por meio de 18 a 20 passadas ao longo da circunferência do corpo de prova e 4 escovações no topo e na base, aplicando-se uma força de 15 N. A perda de massa é registrada a partir da massa de cada corpo de prova antes e depois da escovação.

### 3.3.9 Difractometria de raios X

A análise de difratometria de raios X (DRX) é desenvolvida em um difratômetro D8 ADVANCE/DA VINCI do Centro de Microscopia Eletrônica (CEME-SUL) da FURG. O conjunto de estrutura, eletrônica e software asseguram fácil adaptação a aplicação no campo da difração de raios-X do pó, sendo um método amplamente empregado para investigação, caracterização e controle de qualidade de materiais.

Para identificação dos minerais e/ou fases cristalinas aplica-se um intervalo de posição angular ( $2\theta$ ) de 10 a 90°. O banco de dados utilizado é o *Crystallography Open Database* (COD).

### 3.3.10 Microscopia eletrônica de varredura

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) é realizada em um MEV JSM – 6610LV analítico do Centro de Microscopia Eletrônica (CEME-SUL) da FURG, que se destina ao estudo de amostras inorgânicas, orgânicas e biológicas. O microscópio opera uma tensão na faixa de 0,1 à 30 kV com resolução máxima de 3 nm, podendo desenvolver observações convencionais de imagem em elétrons secundários (SEI), imagens em elétrons retro espelhados (BEI) e microanálise química elementar (EDS), com ou sem o uso de padrões para análise e medida de corrente de feixe.

## 4 LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO

Neste capítulo apresenta-se o processo de dosagem do ligante álcali-ativado, iniciando-se em um projeto fatorial  $2^k$  (PF) com ponto central e estendendo-se para um projeto composto de segunda ordem (PCSO). Posteriormente, realizam-se ensaios de consistência normal e tempo de pega sobre o ligante otimizado, com a finalidade de verificar tais parâmetros em comparação a agentes cimentantes comerciais relatados na literatura.

### 4.1 PROCESSO DE OTIMIZAÇÃO DO LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO

Nesta seção é apresentada a dosagem do ligante álcali-ativado, definindo teores de precursores (cinza de casca de arroz e cal de carbureto) e ativadores alcalinos (hidróxido de sódio e silicato de sódio) que maximizem o comportamento mecânico do ligante, a partir de resistência à compressão simples ( $q_u$ ). O estudo inicia em um projeto fatorial  $2^k$  com ponto central, sendo posteriormente estendido para um projeto composto de segunda ordem.

#### 4.1.1 Projeto fatorial $2^k$ com ponto central

Para definição da dosagem ótima de precursores e ativadores alcalinos do ligante álcali-ativado utilizou-se um projeto fatorial  $2^k$  constituído de três fatores ( $2^3$ ) com a inclusão do ponto central, totalizando nove tratamentos. No estudo empregou-se três réplicas para os pontos fatoriais e seis réplicas para o ponto central, com a finalidade de aumentar os graus de liberdade do termo de erro e permitir uma avaliação mais precisa da variância experimental. Os tratamentos elaborados para o projeto fatorial com ponto central são descritos na Tabela 4.1, detalhando também a composição em massa necessária para a produção de 500 g de ligante álcali-ativado com teor água/aglomerante seco (a/c) pré-estabelecido de 0,5 (*vide* Tabela 3.14).

A resistência à compressão simples de todos os tratamentos é apresenta na Figura 4.1. Os resultados apresentados derivam da média das três réplicas desenvolvidas, seguindo os critérios de aceitação adotados (*vide* subseção 3.3.6). Dentre todos os tratamentos empregados, o tratamento 9 verificou maior resistência, atingindo valores próximos a 13 MPa.

Tabela 4.1 – Tratamentos e composição detalhada do PF

Tratamento	Ponto	Nível			Composição (produção de 500 g de ligante úmido) (g)				
		CC/PR (%)	%Na <sub>2</sub> O (%)	Ms	CCA	CC	SH <sup>1</sup>	SS <sup>2</sup>	H <sub>2</sub> O <sup>3</sup>
1		10	2	0,7	290,13	32,24	40,84	14,01	122,89
2		30	2	0,7	225,66	96,71	40,84	14,01	122,89
3		10	6	0,7	272,23	30,25	114,95	39,43	43,46
4	Fatorial	10	2	1,7	284,63	31,63	12,53	33,38	137,88
5		30	6	0,7	211,73	90,74	114,95	39,43	43,46
6		30	2	1,7	221,38	94,88	12,53	33,38	137,88
7		10	6	1,7	258,17	28,69	34,09	90,82	88,32
8		30	6	1,7	200,80	86,06	34,09	90,82	88,32
9	Central	20	4	1,2	245,10	61,27	50,95	45,65	97,18

1 Hidróxido de sódio líquido (solução) = 14,0% de hidróxido de sódio em pérolas (soluto) + 86,0% de água (solvente)

2 Silicato de sódio = 14,9% de óxidos de sódio + 32,2% de óxidos de silício + 52,8% de água

3 Água adicionada para atingir o teor água/aglomerante seco de 0,50

A análise dos resultados obtidos, considerando a significância dos efeitos principais, suas interações e a verificação da presença de curvatura no comportamento resposta, é realizada com auxílio de um *software* estatístico aplicando análise de variância (ANOVA) em um nível de significância de 5% (Valor-P < 0,05). O gráfico de Pareto (Figura 4.2) conjuntamente com a análise de variância (Tabela 4.2) permitem avaliar os efeitos estatisticamente significantes para os tratamentos avaliados.

Com base nos resultados da Figura 4.2 e da Tabela 4.2, é possível destacar que, para o projeto experimental proposto, os efeitos principais envolvendo o teor cal por precursor (CC/PR) e teor de óxido de sódio (%Na<sub>2</sub>O), bem como, a interação secundária destes dois parâmetros apresentam significância nos resultados, sendo o teor cal por precursor o que impõe maior variação aos resultados (Valor F = 311,91), seguido pelo parâmetro combinado de teor de cal por precursor com óxido de sódio (Valor F = 149,42) e, por fim, o parâmetro isolado de óxido de sódio (Valor F = 29,17). Entretanto, parâmetro de módulo de sílica (Ms), bem como, suas interações (duplas e triplas) não apresentam significância elevada na variável resposta.

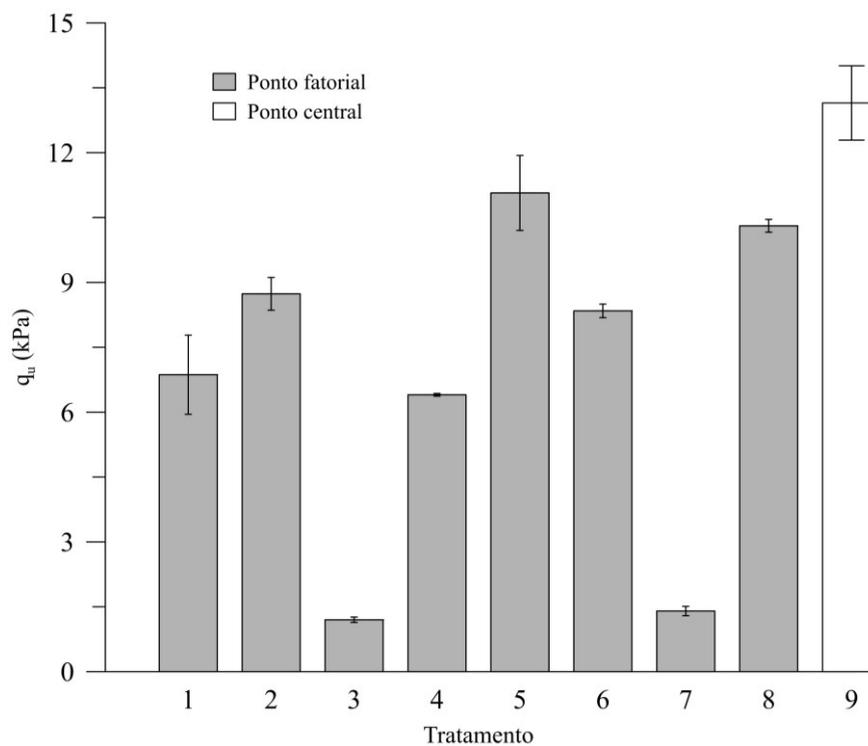


Figura 4.1 – Resistência à compressão simples média (PF)

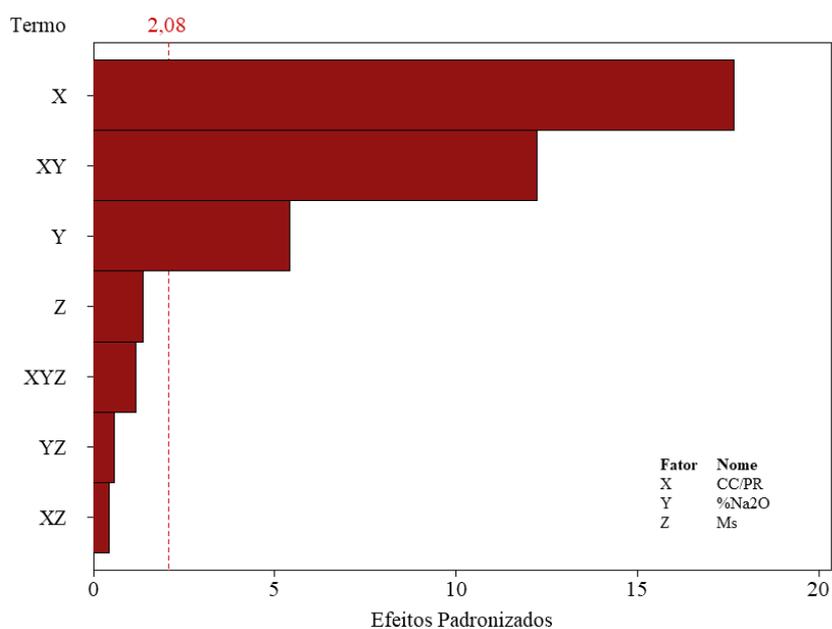


Figura 4.2 – Gráfico de Pareto (PF)

Tabela 4.2 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (PF)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X - CC/PR	1	185,85	185,85	311,91	0,000	Sim
Y - %Na <sub>2</sub> O	1	17,38	17,38	29,17	0,000	Sim
Z - Ms	1	1,14	1,14	1,91	0,182	Não
XY	1	89,03	89,03	149,42	0,000	Sim
XZ	1	0,12	0,12	0,20	0,658	Não
YZ	1	0,21	0,21	0,35	0,562	Não
XYZ	1	0,81	0,81	1,37	0,256	Não
Curvatura	1	165,65	165,65	278,00	0,000	Sim
Erro	21	12,51	0,60			
Total	29	472,70				

S (desvio padrão) = 0,772 MPa

R<sup>2</sup> = 0,974

R<sup>2</sup><sub>aj</sub> (ajustado para graus de liberdade) = 0,963

A Figura 4.3 apresenta o diagrama de efeitos principais, onde é possível observar que os valores médios da variável resposta do ponto central estão muito distantes da tendência linear entre os pontos máximos e mínimos, indicando a presença de curvatura no comportamento resposta. Ademais, a Tabela 4.2 corrobora com a afirmação supracitada, pois para o parâmetro de curvatura verifica uma elevada significância (Valor F = 278,00). Também pode-se destacar, a partir da Figura 4.3, que há entre os níveis máximo e mínimo das variáveis controláveis, uma dosagem ideal que tende a maximizar o comportamento mecânico do ligante álcali-ativado.

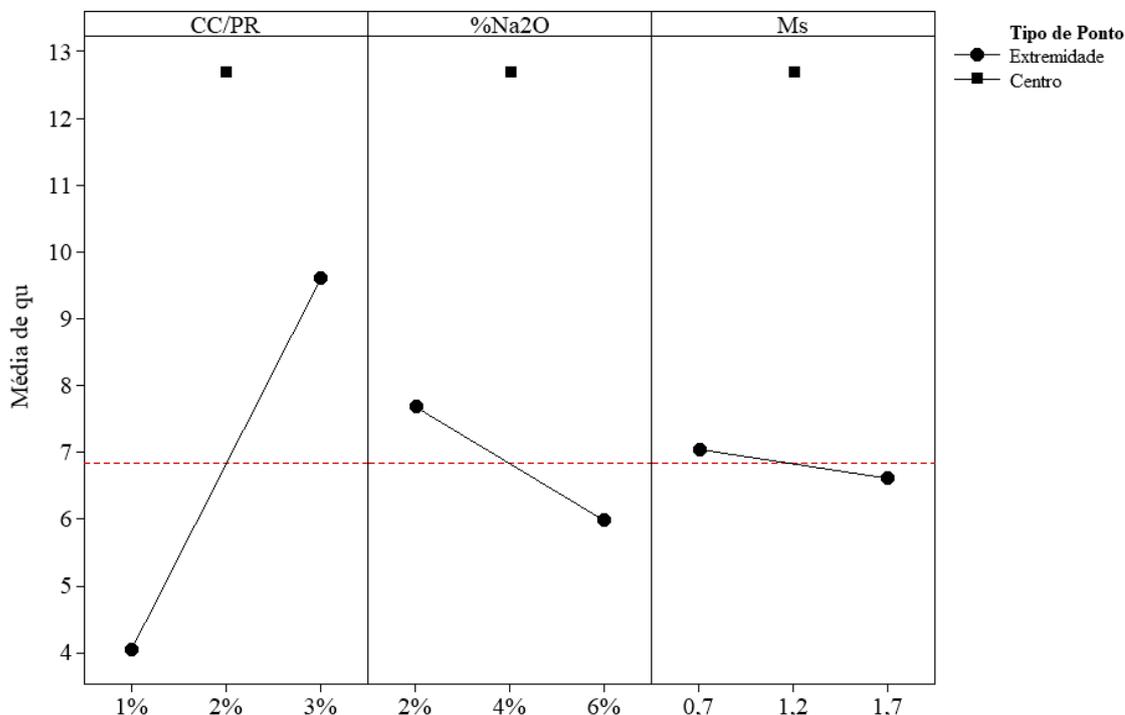


Figura 4.3 – Diagrama de efeitos principais (PF)

#### 4.1.2 Projeto composto de segunda ordem

Tendo em vista que foi verificada a presença de curva no comportamento resposta e que a dosagem do ligante álcali-ativado busca a maximização da resistência mecânica, optou-se pela utilização de uma metodologia de superfície de resposta (MSR), com ajuste do modelo quadrático a partir de um projeto composto de segunda ordem. Então, seguindo o projeto experimental com três fatores ( $2^3$ ) há uma extensão no número de tratamentos com a adição de seis pontos axiais. Com isso, tem-se ao todo oito pontos fatoriais, um ponto central e seis pontos axiais, totalizando 15 tratamentos.

Para os pontos axiais adotou-se o conceito de face centrada ( $\alpha = 1$ ), sendo os níveis de máximo e mínimo idênticos aos utilizados para os pontos fatoriais. Esta aplicação é dada devido aos limites físicos impostos pelo aumento do módulo de sílica além do máximo estipulado inicialmente ( $M_s = 1,7$ ) que acabam por alterar bruscamente a reologia das pastas, necessitando de elevados teores água/aglomerante.

A Tabela 4.3 apresenta todos os tratamentos utilizados para aplicação da metodologia de superfície de resposta (pontos fatoriais, axiais e central, detalhando também a composição em massa necessária para a produção de 500 g de ligante álcali-ativado com teor água/aglomerante seco (a/c) pré-estabelecido de 0,5 (*vide* Tabela 3.14).

Tabela 4.3 – Tratamentos e composição detalhada do PCSO

Tratamento	Ponto	Nível			Composição (produção de 500 g de ligante úmido) (g)				
		CC/PR (%)	%Na <sub>2</sub> O (%)	Ms	CCA	CC	SH <sup>1</sup>	SS <sup>2</sup>	H <sub>2</sub> O <sup>3</sup>
1	Fatorial	10	2	0,7	290,13	32,24	40,84	14,01	122,89
2		30	2	0,7	225,66	96,71	40,84	14,01	122,89
3		10	6	0,7	272,23	30,25	114,95	39,43	43,46
4		10	2	1,7	284,63	31,63	12,53	33,38	137,88
5		30	6	0,7	211,73	90,74	114,95	39,43	43,46
6		30	2	1,7	221,38	94,88	12,53	33,38	137,88
7		10	6	1,7	258,17	28,69	34,09	90,82	88,32
8		30	6	1,7	200,80	86,06	34,09	90,82	88,32
9	Central	20	4	1,2	245,10	61,27	50,95	45,65	97,18
10	Axial	30	4	1,2	214,46	91,91	50,95	45,65	97,18
11		20	6	1,2	235,57	58,89	73,45	65,81	66,48
12		20	4	1,7	240,67	60,17	23,84	63,50	111,89
13		10	4	1,2	275,73	30,64	50,95	45,65	97,18
14		20	2	1,2	255,43	63,86	26,55	23,78	130,46
15		20	4	0,7	249,69	62,42	79,07	27,13	81,91

1 Hidróxido de sódio líquido (solução) = 14,0% de hidróxido de sódio em pérolas (soluto) + 86,0% de água (solvente)

2 Silicato de sódio = 14,9% de óxidos de sódio + 32,2% de óxidos de silício + 52,8% de água

3 Água adicionada para atingir o teor água/aglomerante seco de 0,50

Para os pontos axiais manteve-se os mesmos processos de moldagem, cura, ruptura e critérios de aceitação. Os resultados de resistência à compressão simples para todos os tratamentos do estudo são apresentados na Figura 4.4. Com base nos resultados, é verificada a permanência do ponto central (tratamento 9) como maior resistência mecânica, tendo os pontos axiais apresentado variações na faixa de 2,5 à 12 MPa.

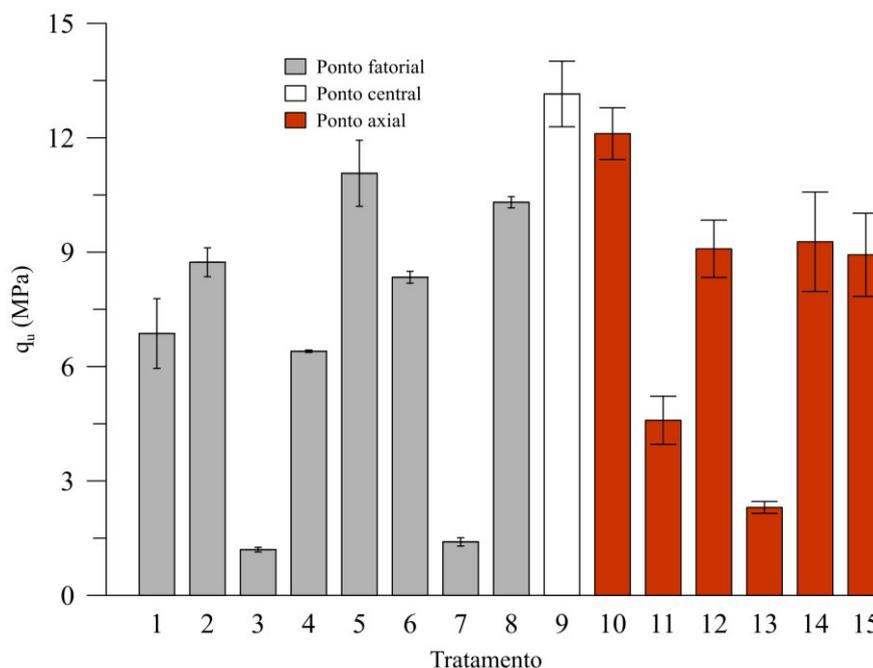


Figura 4.4 – Resistência à compressão simples média (PCSO)

Conforme adotado para a fase de estudo do projeto fatorial  $2^k$ , a análise dos resultados obtidos, considerando a significância dos efeitos quadráticos principais e suas interações, é realizada com auxílio de um *software* estatístico aplicando análise de variância (ANOVA) em um nível de significância de 5% (Valor-P < 0,05). O gráfico de Pareto (Figura 4.5) conjuntamente com a análise de variância (Tabela 4.4) permitem avaliar os efeitos significantes para os tratamentos.

Com base nos resultados da Tabela 4.4, é verificada a afirmativa explicitada na Tabela 4.2, de que os efeitos principais para os fatores de teor de cal por precursor (CC/PR) e teor de óxido de sódio ( $\%Na_2O$ ), bem como, a interação secundária destes dois parâmetros apresentam significância na variável resposta. Novamente, é verificado que o módulo de sílica (Ms), bem como, suas interações não apresentam significância nos resultados analisados.

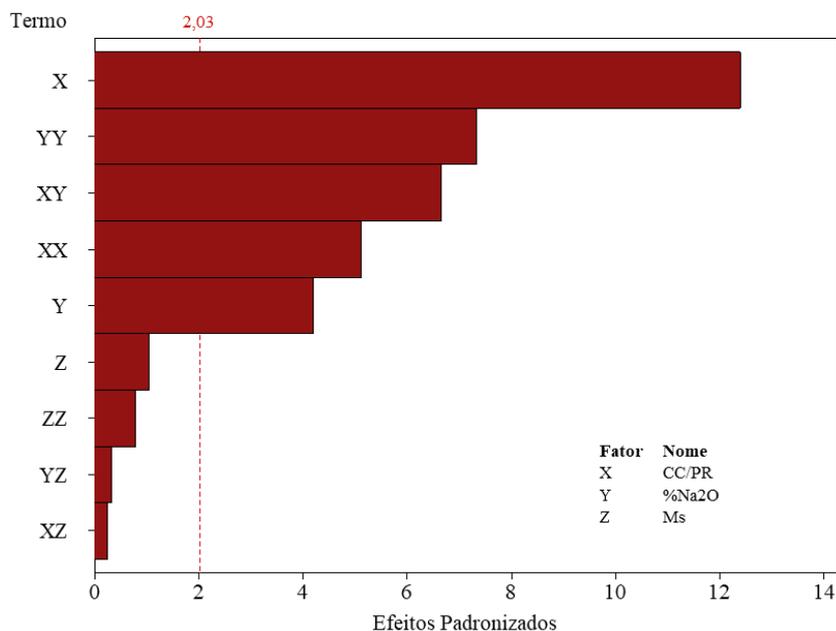


Figura 4.5 – Gráfico de Pareto (PCSO)

Tabela 4.4 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (PCSO)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X - CC/PR	1	308,43	308,43	153,64	0,000	Sim
Y - %Na <sub>2</sub> O	1	35,31	35,31	17,59	0,000	Sim
Z - Ms	1	2,21	2,21	1,10	0,301	Não
XX	1	52,70	52,70	26,25	0,000	Sim
YY	1	108,12	108,12	53,86	0,000	Sim
ZZ	1	1,26	1,26	0,63	0,434	Não
XY	1	89,03	89,03	44,35	0,000	Sim
XZ	1	0,12	0,12	0,06	0,808	Não
YZ	1	0,21	0,21	0,10	0,750	Não
Erro	37	74,28	2,01			
Falta de ajuste	5	40,22	8,04	7,56	0,000	
Erro puro	32	34,06	1,06			
Total	47	709,21				

S (desvio padrão) = 1,417 MPa

R<sup>2</sup> = 0,895R<sup>2</sup><sub>aj</sub> (ajustado para graus de liberdade) = 0,867

A significância estatística dos fatores de teor de cal por precursor (X), óxido de sódio (Y) e sua interação dupla (XY) é verificada por Moncaleano (2021), entretanto a autora constata também a significância estatística relacionada ao módulo de sílica (Z) e suas interações dupla (XZ e YZ) e tripla (XYZ), diferente do observado pelo presente estudo (Tabela 4.4). Tal condição pode ser dada devido a diferente fonte de aluminossilicato utilizada por Moncaleano (2021), sendo vidro moído, com teores menores de óxidos de silício (72,6%) em comparação ao conteúdo observado na cinza de casca de arroz utilizada neste estudo (93,6%).

Diversos autores (HWANG & HUYNH, 2015; NUAKLONG *et al.*, 2020; SALONI *et al.*, 2020) relatam o potencial uso de silicato de sódio, como ativador alcalino, combinado com cinza de casca de casca, como fonte de aluminossilicato. Os estudos envolvendo os materiais supracitados com ou sem adição de outros ativadores alcalinos e/ou materiais precursores, destacam o incremento de resistência mecânica para tempos de cura superiores a 7 dias. Tal situação destaca o possível motivo pelo qual não foi observada significância estatística do módulo de sílica (Ms) na análise. O tempo de cura de 7 dias, proposto como variável fixa do projeto experimental, pode ter sido insuficiente para desenvolver as reações químicas de cimentação para aumento da resistência mecânica das misturas em estudo. Como diversos relatos na literatura apresentam o potencial o uso do silicato de sódio como ativador alcalino, optou-se por utilizar ainda este material para desenvolvimento das etapas posteriores.

A Figura 4.6 demonstra o diagrama de efeitos principais, onde é verificado que a resistência à compressão simples tende a atingir um valor máximo dentre os níveis máximos e mínimos definidos para as variáveis controladas. A Figura 4.7 apresenta o diagrama de efeitos de interação entre as variáveis controláveis, sendo constatada a significância da interação entre o teor de cal por precursor (CC/PR) e o teor de óxido de sódio (%Na<sub>2</sub>O), enquanto que as interações envolvendo o módulo de sílica (Ms) não apresentam significância estatística, em consonância ao exposto na Tabela 4.4.

Com auxílio de um *software* estatístico, o parâmetro de resistência à compressão simples foi correlacionado, a partir de um modelo de quadrático, com as variáveis controláveis do estudo, levando em consideração os efeitos principais e suas interações. A correlação estatística para determinação da resistência à compressão simples é apresentada na Equação 4.1.

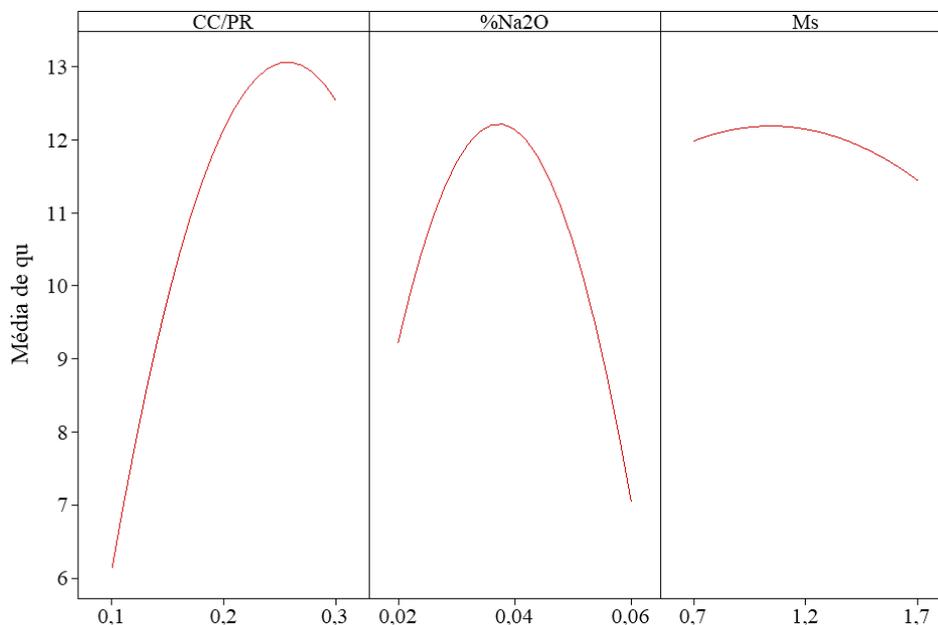


Figura 4.6 – Diagrama de efeitos principais (PCSO)

$$q_u(\text{MPa}) = -13,37 + 107,2X + 554Y + 3,52Z - 280X^2 - 10026Y^2 - 1,73Z^2 + 963XY - 1,42XZ + 9,3YZ \quad (4.1)$$

As variáveis X, Y e Z representam, respectivamente, as variáveis controláveis de teor de cal por precursor (CC/PR), teor de óxido de sódio (%Na<sub>2</sub>O) e módulo de sílica (Ms). Cabe destacar que o modelo descrito na Equação 4.1 deve ser aplicado somente para valores limites estabelecidos entre os níveis de máximo e mínimo apresentados na Tabela 4.1 e na Tabela 4.3.

Para verificação do modelo de análise de variância (ANOVA) deve ser realizada uma avaliação do diagrama de resíduos, sendo este apresentado na Figura 4.8. A suposição de normalidade é definida pelo gráfico de probabilidade normal para os resíduos (conforme a Figura 4.8a), sendo esta satisfeita, em vista que os pontos seguem a tendência da linha de normalidade, fato este que é confirmado pelo histograma de frequência (Figura 4.8c) dos resíduos. Os diagramas de resíduos pelo valor ajustado (Figura 4.8b) e pela ordem observada (Figura 4.8d) constataam a suposição de homogeneidade da variância e pressuposto de independência, respectivamente.

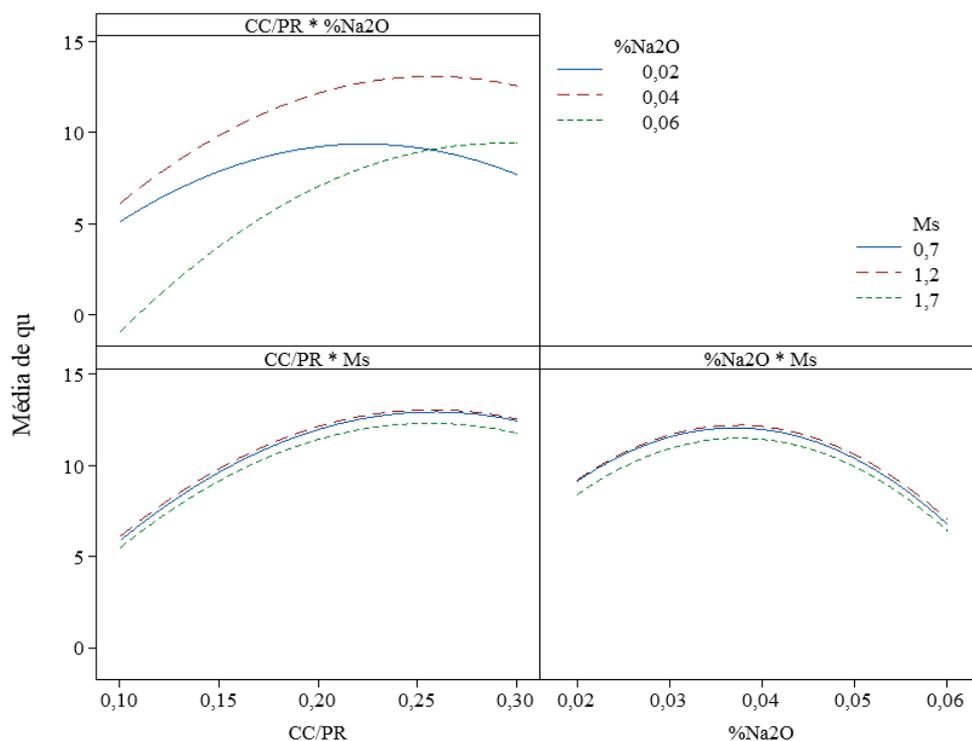


Figura 4.7 – Diagrama de efeitos de interação (PCSO)

O projeto composto de segunda ordem foi desenvolvido para determinar a dosagem ótima de precursores e ativadores alcalinos que maximizassem a resposta mecânica a partir de ensaios de resistência à compressão simples. Neste contexto, realizou-se o processo de otimização de resposta com auxílio de um *software* estatístico, utilizando o método da função de desejabilidade (d). Este método de otimização tem como função desenvolver o cálculo para uma condição pré-determinada, os valores do parâmetro variam de zero a um, sendo que zero indica que a resposta está fora dos limites aceitáveis pré-definidos e um é o caso ideal, quando o resultado é completamente favorável. Para dosagem do ligante álcali-ativado utilizou-se o maior valor de desejabilidade possível para a maximização da resistência à compressão.

A Tabela 4.5 apresenta, com base na análise estabelecida pelo *software* estatístico, os valores das variáveis controláveis (CC/PR, %Na<sub>2</sub>O e Ms) que garantem um valor máximo de variável resposta (resistência à compressão simples) do ligante álcali-ativado. De acordo com a dosagem ótima obtida, a resistência à compressão simples atinge um valor de 13,1 MPa com uma função de desejabilidade de 0,906.

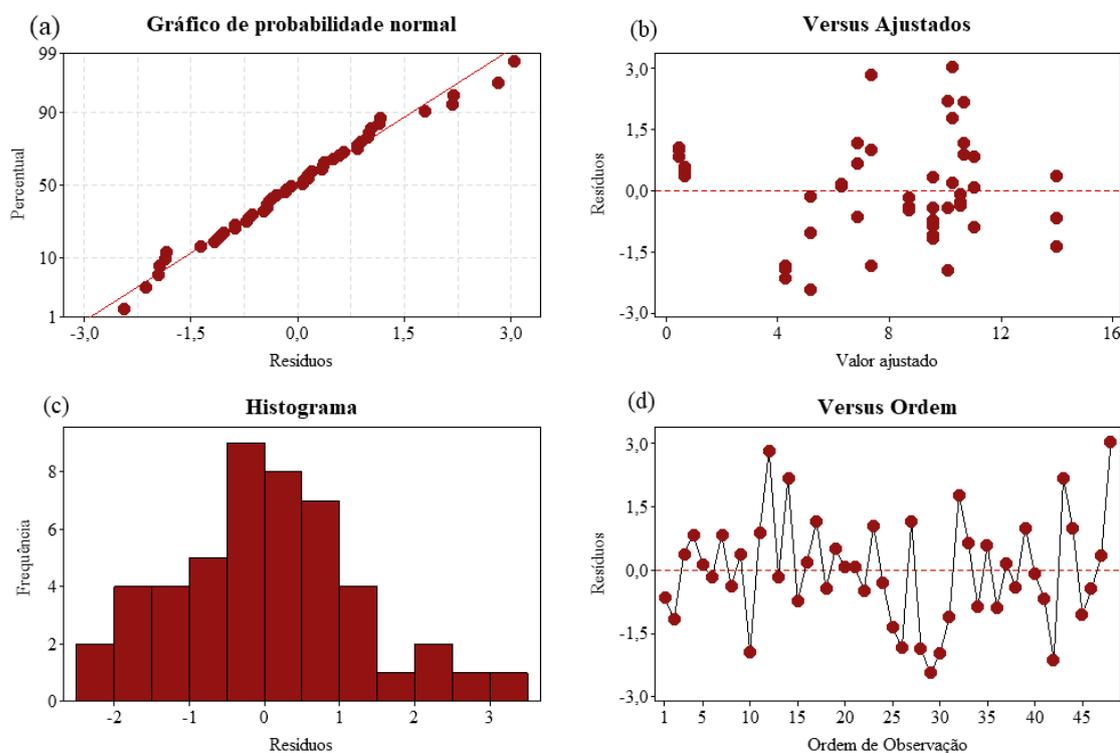


Figura 4.8 – Diagrama de resíduos (PCSO)

Tabela 4.5 – Dosagem e composição detalhada do ligante álcali-ativado otimizado

Nível			Composição (produção de 500 g de ligante úmido) (g)				
CC/PR (%)	%Na <sub>2</sub> O (%)	Ms	CCA	CC	SH <sup>1</sup>	SS <sup>2</sup>	H <sub>2</sub> O <sup>3</sup>
25	4	1	231,48	77,16	62,07	38,32	91,14

1 Hidróxido de sódio líquido (solução) = 14,0% de hidróxido de sódio em pérolas (soluto) + 86,0% de água (solvente)

2 Silicato de sódio = 14,9% de óxidos de sódio + 32,2% de óxidos de silício + 52,8% de água

3 Água adicionada para atingir o teor água/aglomerante seco de 0,50

Com base nos dados destacados na Tabela 4.5 é definida a dosagem do ligante álcali-ativado que será utilizada para o desenvolvimento do estudo de argamassas (etapa 3) e estudo de melhoramento de materiais geotécnicos. Em relação ao módulo de sílica (Ms), que apresentou uma não significância estatística, é possível observar que o valor que maximiza a resistência mecânica no estudo proposto foi de 1. Tal resultado é comumente encontrado na literatura (WANG *et al.*, 1994; DUXSON *et al.*, 2007; MONCALEANO, 2021) para um bom desempenho mecânico de materiais álcali-ativados.

## 4.2 CONSISTÊNCIA NORMAL E TEMPO DE PEGA

O ensaio de consistência normal busca determinar a razão entre massa de água e massa aglomerante seco (a/c) necessário para manter a propriedade reológica das pastas (agente cimentante + água) constantes. Para o ligante álcali-ativado ótimo em estudo foi verificado um teor água/aglomerante de 0,53.

Comumente, para cimentos Portland, os valores de teor água/aglomerante encontram-se na faixa 0,26 a 0,33 (EL-DIADAMONY *et al.*, 2018), inferiores quando comparados com para o ligante álcali-ativado dosado. O alto teor água/aglomerante necessário para o ligante alternativo pode estar relacionada a presença de cinza de casca de arroz no sistema devido à natureza higroscópica do material, à presença de vazios intraparticulares, como observado na Figura 3.8, a granulometria fina e, conseqüentemente, a elevada superfície específica (BUYONDO *et al.*, 2020). Também, é interessante destacar a possibilidade de influência da cal de carbureto que apresentam granulometria fina e superfície específica elevada.

Em posse do teor água/aglomerante responsável pela obtenção da consistência normal é possível desenvolver as análises de tempos de pega. Sendo assim, para o ligante álcali-ativado dosado verificam-se tempos de pega inicial e final de 45 e 75 minutos, respectivamente.

O tempo de pega inicial verificado é inferior ao valor de 60 minutos especificado como mínimo para cimentos Portland, segundo a NBR 16697 (ABNT, 2018). Tal condição destaca a necessidade de cuidado no emprego deste ligante álcali-ativado no campo prático, sendo aconselhado um estudo mais extenso acerca da temática, envolvendo o uso de aditivos químicos retardantes de pega. Os baixos tempos de pega observados têm natureza relacionada a alta reatividade dos materiais precursores e o desempenho das soluções ativadoras no desenvolvimento de reações químicas de cimentação.

## 5 COMPORTAMENTO MECÂNICO DE MISTURAS RESÍDUO-AGENTE AGLOMERANTE

Neste capítulo apresenta-se o estudo de aplicação diferentes agentes aglomerantes em resíduo de mineração, conforme proposto no programa experimental (*vide* Tabela 3.3). As misturas de resíduo de mineração e agente aglomerante a serem estudadas são: (i) resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado (RLA) composto por cinza de casca de arroz e cal de carbureto, como materiais precursores, e silicato de sódio e hidróxido de sódio, como soluções ativadoras; e (ii) resíduo de minério de ferro com cimento Portland de alta resistência inicial (RCP).

Em primeiro momento, avalia-se o comportamento mecânico das misturas partir de ensaios de resistência à compressão simples e resistência à tração na compressão diametral. Posteriormente, analisa-se a perda de massa de corpos de prova sob 12 ciclos de durabilidade por molhagem, secagem e escovação. Por fim, realizam-se ensaios de microscopia eletrônica de varredura e difratômetro de raios-X para analisar a diferença morfológica e mineralógica entre as diferentes misturas (RCP e RLA) com diferentes condições de moldagem e cura.

Para ambas misturas RCP e RLA adota-se um projeto fatorial  $2^k$ , ou seja, um número “ $k$ ” de variáveis controláveis com dois níveis (máximo e mínimo) cada. Em relação aos ensaios de resistência mecânica (resistência à compressão simples e tração na compressão diametral, tem-se um projeto fatorial  $2^3$  com utilização dos parâmetros de peso específico aparente seco ( $\gamma_d$ ), teor de agente aglomerante (B) e tempo de cura (T) como variáveis controláveis, totalizando oito tratamentos, sendo estes descritos na Tabela 5.1.

Para os ensaios de durabilidade por molhagem, secagem e escovação adota-se um projeto fatorial  $2^2$ , com parâmetros de peso específico aparente seco e teor de agente aglomerante, não levando em consideração o tempo de cura dos espécimes, sendo este uma variável fixa do estudo. Ao todo são realizados quatro tratamentos, estes ilustrados na Tabela 5.2.

Tabela 5.1 - Tratamentos para ensaios de resistência mecânica

<b>Tratamento</b>	<b><math>\gamma_d</math> (kN/m<sup>3</sup>)</b>	<b>B (%)</b>	<b>T (dias)</b>
1	19,2	3	7
2	20,5	3	7
3	19,2	6	7
4	20,5	6	7
5	19,2	3	28
6	20,5	3	28
7	19,2	6	28
8	20,5	6	28

Tabela 5.2 - Tratamentos para ensaios de durabilidade

<b>Tratamento</b>	<b><math>\gamma_d</math> (kN/m<sup>3</sup>)</b>	<b>B (%)</b>
1	19,2	3
2	20,5	3
3	19,2	6
4	20,5	6

Os resultados de resistência mecânica e durabilidade para cada uma das misturas (RLA e RCP) serão apresentados e analisados de forma isolada, não sendo realizados comparativos dentre os diferentes materiais geotécnicos estabilizados e os diversos ensaios desenvolvidos. Posteriormente, os dados serão correlacionados com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{IV}$ ), neste momento será realizado o comparativo entre as misturas e os ensaios de resistência mecânica e durabilidade. Este procedimento será adotado com a finalidade de levar em conta todos os potenciais parâmetros de alteração das variáveis resposta.

Para os ensaios de resistência mecânica (resistência à compressão simples e resistência à tração na compressão diametral) serão desenvolvidas análises de variância (ANOVA) para verificar a significância das variáveis controláveis. Para os ensaios de durabilidade não será realizada ANOVA, pois não houve réplica dos corpos de prova, fazendo com que a verificação de significância das variáveis controláveis para o nível estabelecido (Valor-P = 0,05) apresente elevada possibilidade de erro experimental.

## 5.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO SIMPLES

A Figura 5.1 explicita os resultados de resistência à compressão simples ( $q_u$ ) dos diferentes tratamentos adotados para a mistura de resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado. Os dados apresentados em cada tratamento representam a média simples dos corpos de prova analisados, utilizando os critérios de aceitação (*vide* item 3.3.6).

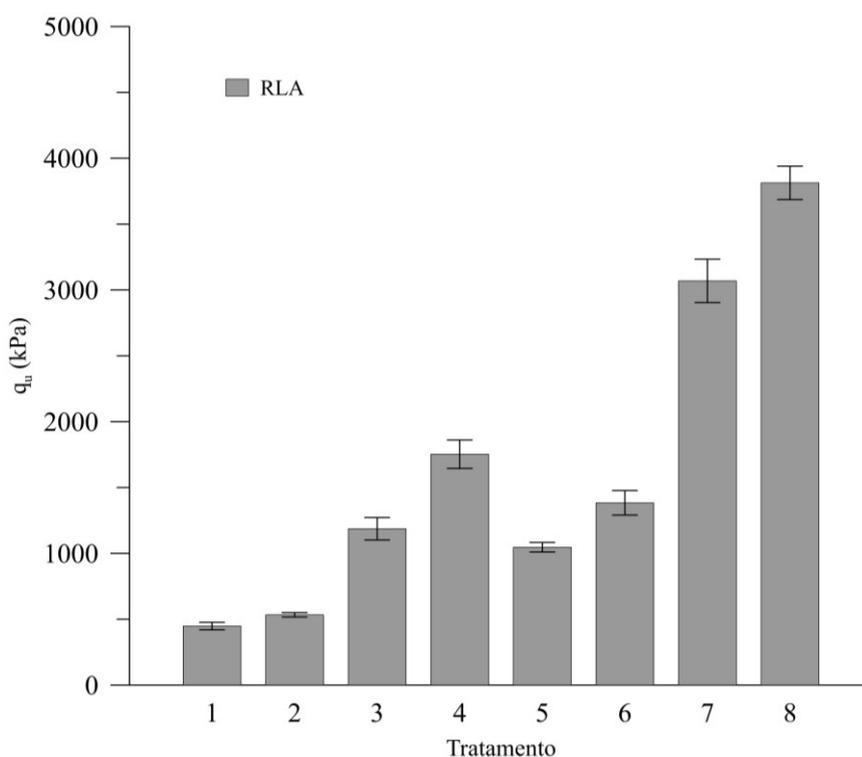


Figura 5.1 - Resistência à compressão simples média (RLA)

A partir dos resultados obtidos é possível destacar que: (i) o aumento de nível das variáveis controláveis (peso específico aparente seco, teor de agente aglomerante e tempo de cura) impôs um aumento na resistência à compressão simples dos diferentes tratamentos; e (ii) as resistências mecânicas mínima e máxima foram observadas para o tratamento 1 e 8, respectivamente, sendo que o primeiro utiliza o nível mínimo de todas as variáveis controláveis e o último utiliza o nível máximo.

Com a finalidade de avaliar a significância das diferentes variáveis controláveis, realizou-se uma análise de variância (ANOVA), conforme ilustra a Tabela 5.3. A Figura 5.2 explicita a significância das variáveis controláveis e suas interações, através do gráfico de Pareto.

Tabela 5.3 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (RLA)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X – $\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	1	994882	994880	123,52	0,000	Sim
Y – B (%)	1	12805896	12805896	1589,88	0,000	Sim
Z – T (dias)	1	9035882	9035882	1121,82	0,000	Sim
XY	1	225497	225497	28,00	0,000	Sim
XZ	1	47562	47562	5,90	0,030	Sim
YZ	1	2030023	2030023	252,03	0,000	Sim
XYZ	1	314	314	0,04	0,847	Não
Erro	16	104710	8055			
Total	23					

S (desvio padrão) = 89,8 kPa

$R^2 = 0,995$

$R^2_{aj}$  (ajustado para graus de liberdade) = 0,993

Com base no observado na Tabela 5.3 e na Figura 5.2 é possível verificar um comportamento significativo das variáveis controláveis isoladas (X, Y e Z) e suas interações duplas (XY, XZ e YZ). Entretanto, não é observada a significância estatística da interação tripla (XYZ). Também, deve ser destacado o alto coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,995$ ) do estudo, contendo desvio padrão de 89,8 kPa, valor pequeno em comparação a magnitude dos resultados de resistência.

O teor de agente aglomerante (Y) e o tempo de cura (Z), bem como, sua interação dupla (YZ) destacam elevada significância estatística. Tais observações desempenham elevada significância pois são parâmetros-chave para o desenvolvimento de reações químicas de cimentação de materiais álcali-ativados.

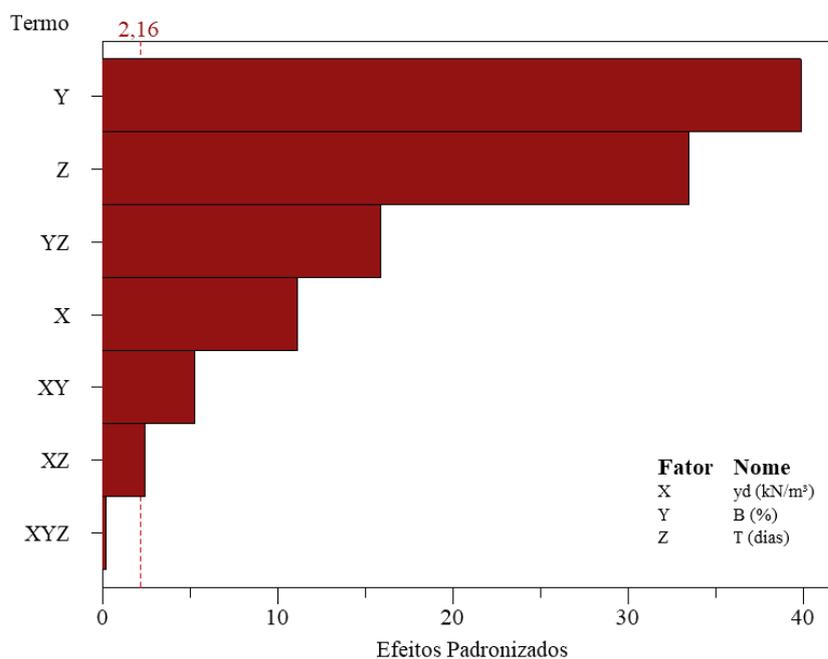


Figura 5.2 – Gráfico de Pareto para resistência à compressão simples (RLA)

O parâmetro de peso específico aparente seco (X) é estatisticamente significativo, porém de magnitude menor que as demais variáveis de primeira ordem (Y e Z). Este comportamento é verificado por diversos autores em estudos envolvendo misturas de materiais geotécnicos e ligantes álcali-ativados (BRUSCHI, 2020; MARTINATTO, 2021), o peso específico aparente seco é menos influente no ganho de resistência mecânica em comparação a variáveis controláveis de teor de agente aglomerante e tempo de cura.

A Figura 5.3 e a Figura 5.4 exibem os gráficos de efeitos principais e de interação de segunda ordem, respectivamente. Novamente é possível verificar a elevada magnitude de influência dos parâmetros de teor de agente aglomerante e tempo de cura da mistura RLA. Concomitantemente, a interação de segunda ordem das variáveis controláveis apresenta visível significância, especialmente a interação dupla YZ, que destaca uma maior variação de resistência à compressão simples com a variação do teor de agente aglomerante (3% para 6%), tendo maior eficiência para o tempo de cura de 28 dias, em comparação ao tempo de 7 dias.

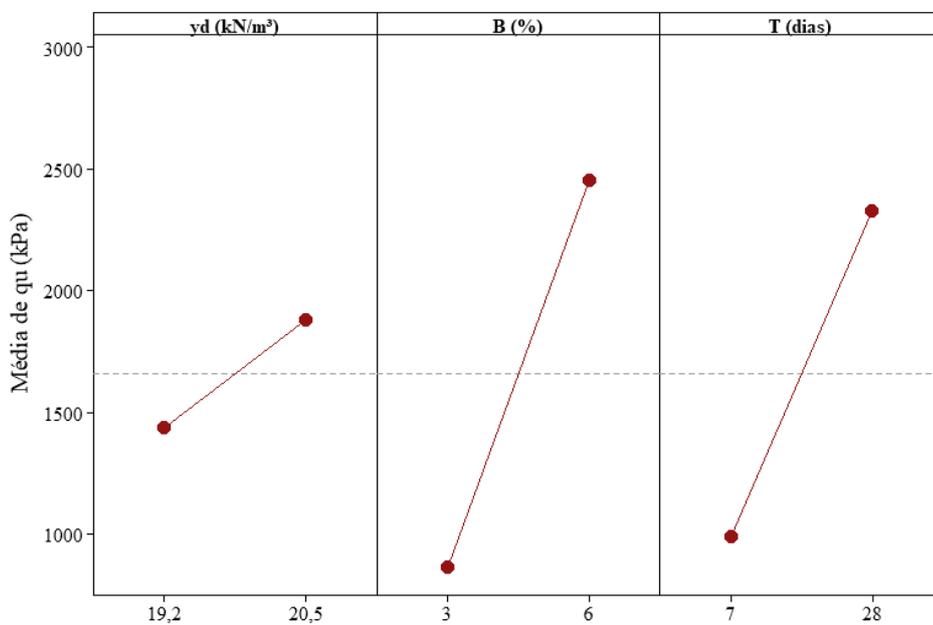


Figura 5.3 – Diagrama de efeitos principais para resistência à compressão simples (RLA)

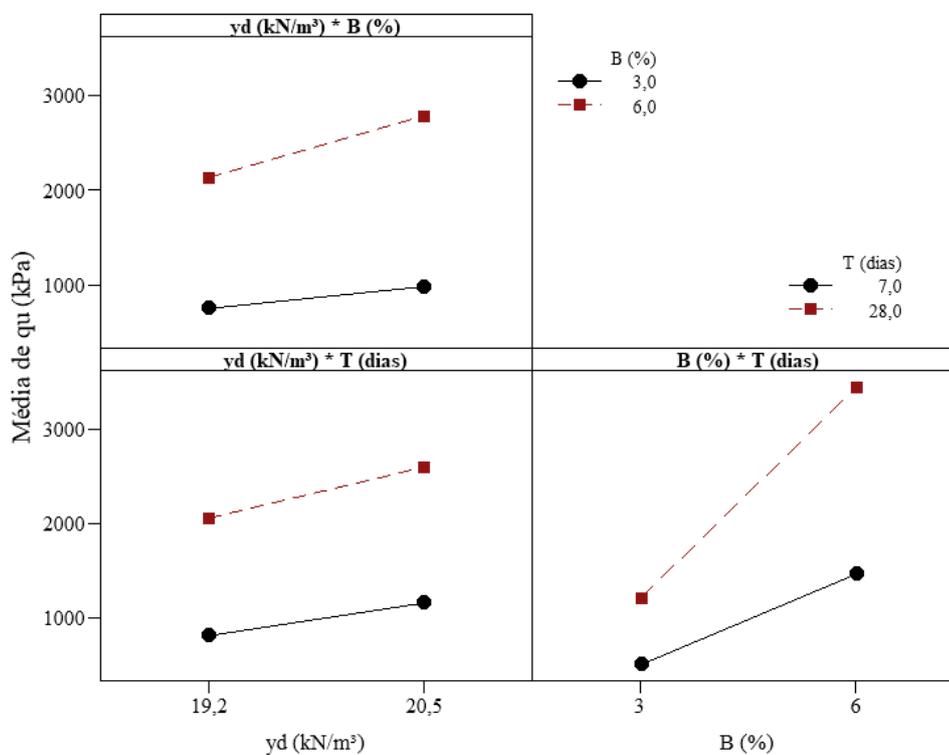


Figura 5.4 - Diagrama de interação para resistência à compressão simples (RLA)

A Figura 5.5 expõe os resultados de resistência à compressão simples dos diferentes tratamentos adotados para a mistura de resíduo de minério de ferro com cimento Portland. Os dados apresentados em cada tratamento representam a média simples dos corpos de prova analisados, utilizando os critérios de aceitação (*vide* item 3.3.6).

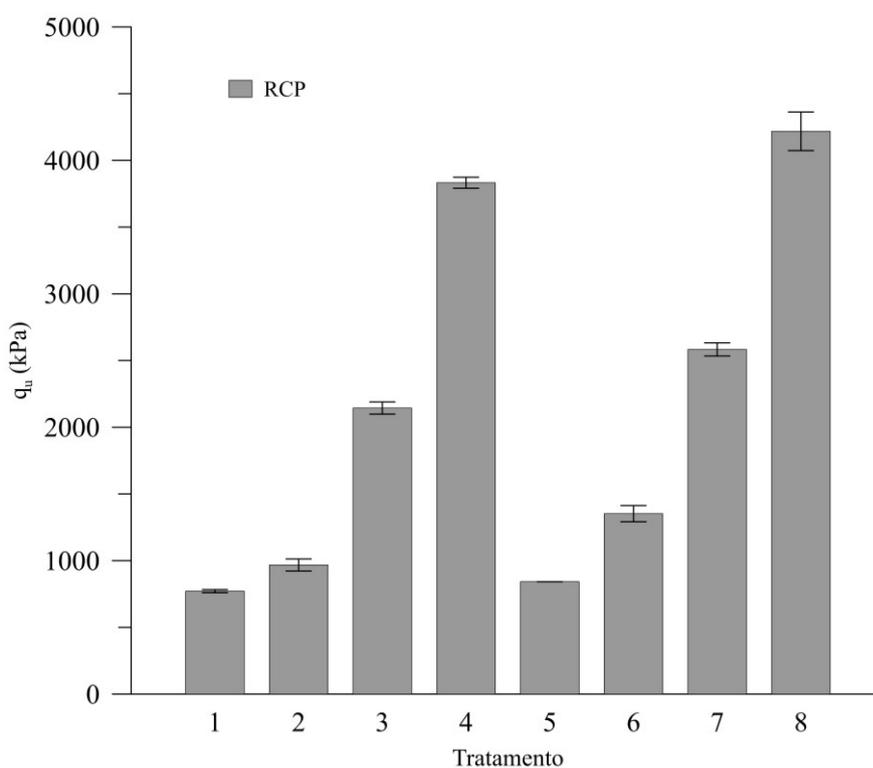


Figura 5.5 - Resistência à compressão simples média (RCP)

Com base na Figura 5.5 é possível destacar que o aumento de nível das variáveis controláveis (peso específico aparente seco, teor de agente aglomerante e tempo de cura) gera uma elevação na resistência à compressão simples para os diferentes tratamentos desenvolvidos. Também, é perceptível a semelhança na magnitude da média dos valores de resistência mecânica dentre os quatro primeiros (1, 2, 3 e 4) e os quatro últimos tratamentos (5, 6, 7 e 8), sendo a diferença dentre estes o tempo de cura de 7 e 28 dias, respectivamente. Tal condição é um indicativo da baixa influência do tempo de cura na variável resposta, comportamento esperado para misturas envolvendo cimento Portland de alta resistência inicial.

A Tabela 5.4 ilustra a análise de variância das variáveis resposta em relação as variáveis controláveis da mistura RCP. A Figura 5.6 apresenta o gráfico de Pareto, explicitando, de forma visual, a ordem de significância das variáveis controláveis do estudo.

Tabela 5.4 – Tabela ANOVA para resistência à compressão simples (RCP)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X – $\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	1	5275403	5275403	2363,22	0,000	Sim
Y – B (%)	1	25771312	25771312	11544,78	0,000	Sim
Z – T (dias)	1	444242	444242	199,01	0,000	Sim
XY	1	2068863	2068836	926,79	0,000	Sim
XZ	1	14481	14481	6,49	0,023	Sim
YZ	1	33673	33673	15,08	0,002	Sim
XYZ	1	81124	81124	36,34	0,000	Sim
Erro	14	31252	2232			
Total	21	31982848				

S (desvio padrão) = 47,25 kPa

R<sup>2</sup> = 0,999

R<sup>2</sup><sub>aj</sub> (ajustado para graus de liberdade) = 0,999

A análise de variância (ANOVA) indica a significância das variáveis controláveis de primeira (X, Y e Z), segunda (XY, XZ e YZ) e terceira ordem (XYZ). De modo similar ao verificado para mistura RLA, os resultados obtidos dispõem de um alto coeficiente de determinação com baixo desvio padrão em relação a magnitude dos resultados

É possível destacar, tomando como referência o valor-P e o valor-F, uma significância inferior para as variáveis XZ, YZ, XYZ e Z em comparação as demais (XY, X e Y). As variáveis menos significantes (Z, XZ, YZ e XYZ) têm com o tempo de cura aplicado ao estudo, evidenciando, através de uma avaliação estatística, o comportamento observado na média das resistências à compressão simples apresentadas na Figura 5.5.

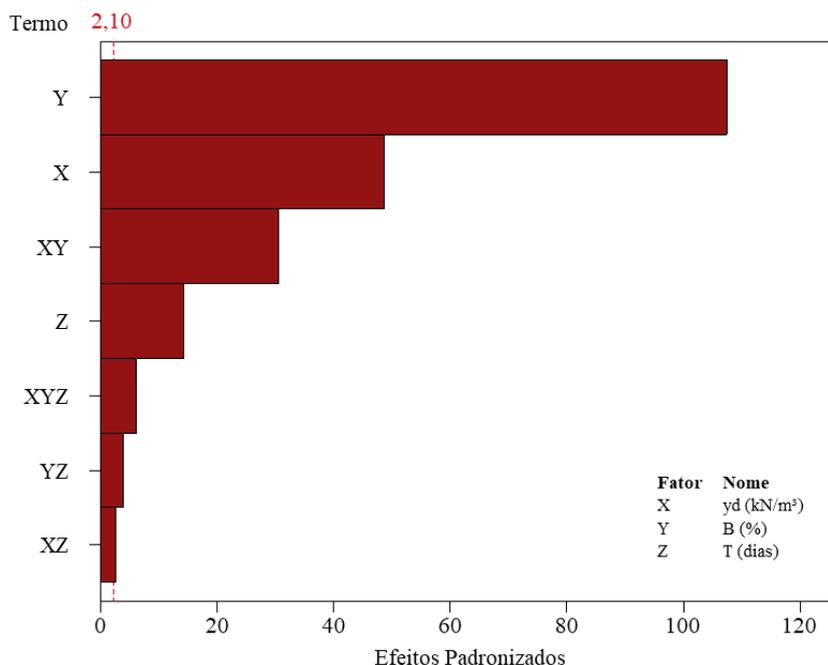


Figura 5.6 – Gráfico de Pareto para resistência à compressão simples (RCP)

O teor de agente aglomerante (Y), o peso específico aparente seco (X) e sua interação de segunda ordem (XY) exibem elevada significância estatística em relação as demais, em consonância ao observado por diversos pesquisadores (FESTUGATO *et al.*, 2018; BRUSCHI, 2020; LEMOS *et al.*, 2020) que relatam a alta influência destes parâmetros em misturas de materiais geotécnicos e agentes cimentantes convencionais.

Estudos de estabilização de materiais geotécnicos envolvendo cimento Portland de alta resistência inicial (TOMASI, 2018; BRUSCHI, 2020; CONSOLI *et al.*, 2022) indicam a baixa influência do tempo de cura na resposta mecânica quando comparada a outras variáveis controláveis (*e.g.*, porosidade, teor de agente cimentante, tempo e temperatura de cura), por este agente aglomerante apresentar elevadas resistências mecânicas em curtos períodos de cura.

A Figura 5.7 e a Figura 5.8 apresentam os gráficos de efeitos principais e de interação de segunda ordem, respectivamente. Novamente destaca-se a elevada magnitude de influência dos parâmetros de teor de agente aglomerante, peso específico aparente seco e da interação de segunda ordem da mistura RCP, enquanto que o tempo de cura imprime pouca significância na alteração da variável resposta.

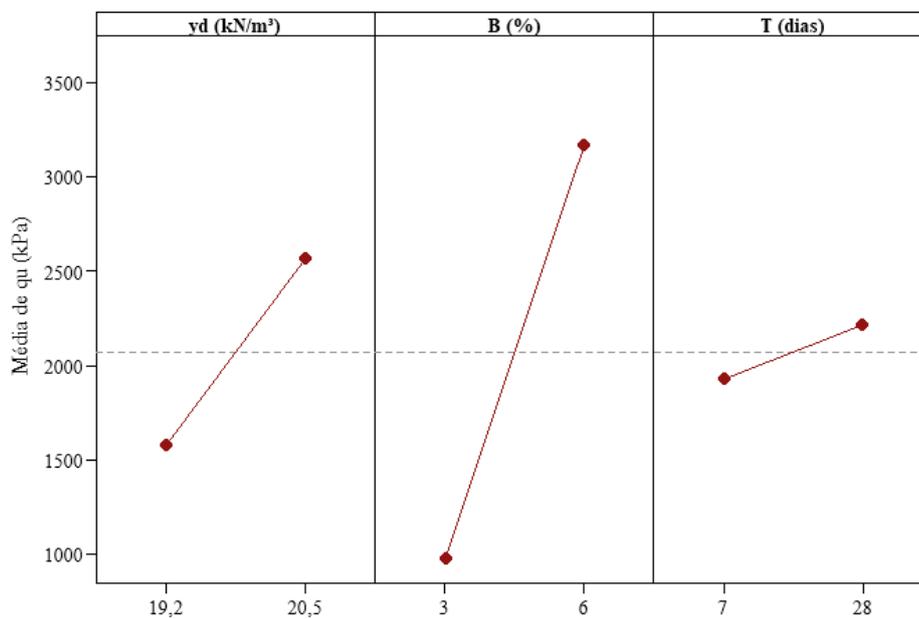


Figura 5.7 – Diagrama de efeitos principais para resistência à compressão simples (RCP)

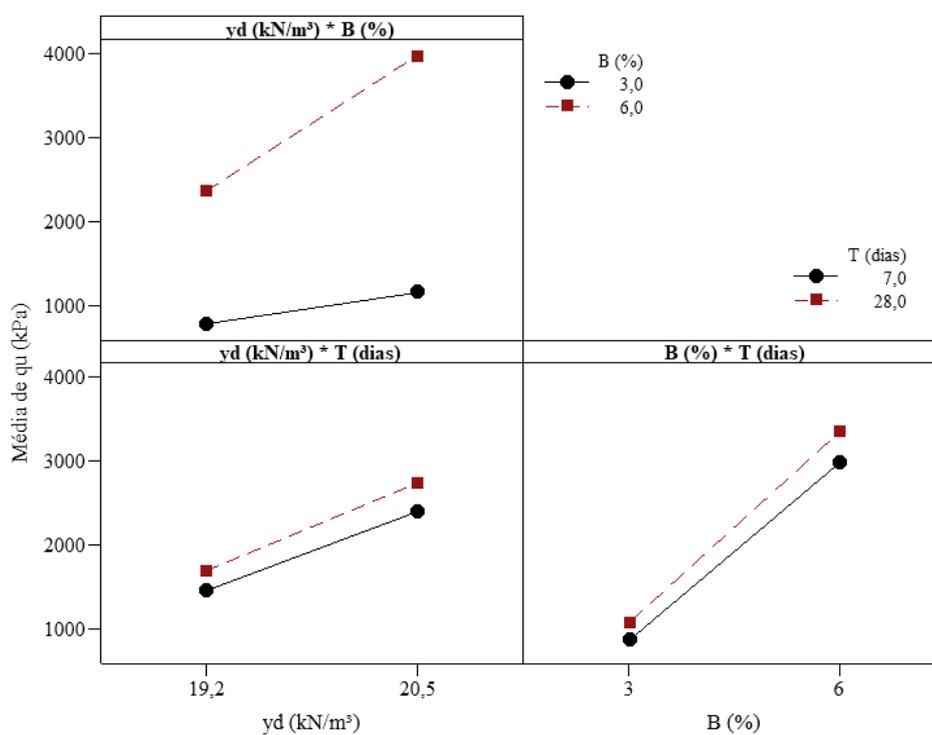


Figura 5.8 - Diagrama de interação para resistência à compressão simples (RCP)

## 5.2 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA COMPRESSÃO DIAMETRAL

A Figura 5.9 exibe os resultados de resistência à tração na compressão diametral ( $q_t$ ) dos diferentes tratamentos adotados para a mistura de resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado. Os dados apresentados em cada tratamento representam a média simples dos corpos de prova analisados, utilizando os critérios de aceitação (*vide* item 3.3.6).

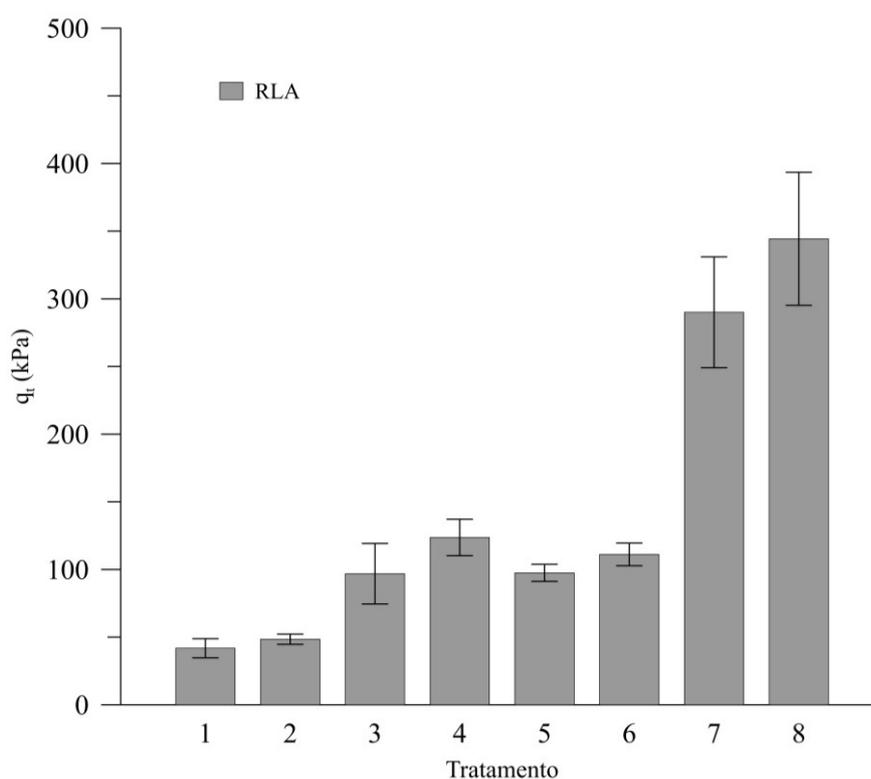


Figura 5.9 - Resistência à tração na compressão diametral média (RLA)

Os resultados de resistência à tração na compressão diametral exibem comportamento semelhante ao observado para carregamentos à compressão simples. Destaca-se, novamente, o crescimento da resistência mecânica com o aumento do nível dos tratamentos, atingindo resultados na faixa de 40 à 350 kPa.

Com a finalidade de avaliar a significância das diferentes variáveis controláveis e comparar com a avaliação desenvolvida para o ensaio de resistência à compressão simples, realizou-se uma análise de variância (ANOVA), conforme ilustra a Tabela 5.5. A Figura 5.10 destaca a significância das variáveis controláveis e suas interações, através do gráfico de Pareto.

Tabela 5.5 – Tabela ANOVA para resistência à tração na compressão diametral (RLA)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X – $\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	1	3988	3988	42,30	0,000	Sim
Y – B (%)	1	104458	104458	1107,77	0,000	Sim
Z – T (dias)	1	85784	85784	909,74	0,000	Sim
XY	1	1337	1337	14,18	0,002	Sim
XZ	1	154	154	1,63	0,223	Não
YZ	1	26791	26791	284,11	0,000	Sim
XYZ	1	99	99	1,05	0,325	Não
Erro	13	1226	94			
Total	20					

S (desvio padrão) = 9,7 kPa

R<sup>2</sup> = 0,994

R<sup>2</sup><sub>aj</sub> (ajustado para graus de liberdade) = 0,990

Com base no observado na Tabela 5.5 e na Figura 5.10 é possível verificar um comportamento similar das variáveis controláveis com o observado para o ensaio de compressão simples, mantendo uma mesma magnitude no nível de significância destas. Constata-se então que, para os ensaios de resistência mecânica analisados, as variáveis controláveis presentes imprimem comportamento similar para avaliação de variáveis respostas distintas.

Como há similaridade na resposta estatística para as distintas variáveis respostas, optou-se por não exibir gráficos de efeitos principais e de interações. Assume-se, com base nos resultados obtidos na Tabela 5.5, que, dada a magnitude dos valores, os gráficos supracitados podem ser representados na Figura 5.3 e na Figura 5.4, respectivamente.

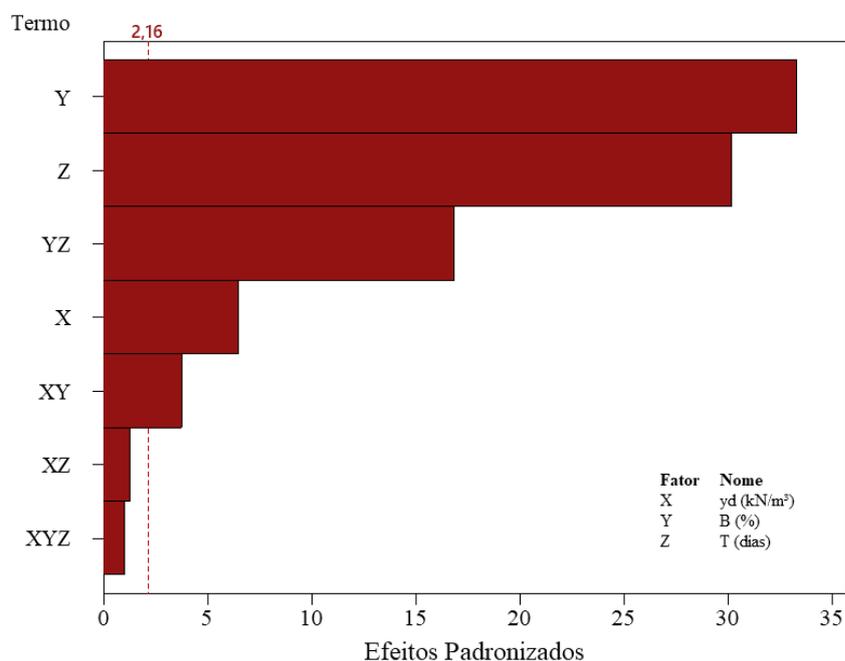


Figura 5.10 – Gráfico de Pareto para resistência à tração na compressão diametral (RLA)

Para a mistura de resíduo de minério de ferro e cimento Portland, os resultados de resistência à tração na compressão diametral são esboçados na Figura 5.11. Os dados descritos em cada tratamento representam a média simples dos corpos de prova analisados, utilizando os critérios de aceitação (*vide* item 3.3.6).

Os resultados de resistência à tração na compressão diametral exibem comportamento semelhante ao observado para carregamentos à compressão simples. Destaca-se, novamente, o crescimento da resistência mecânica com o aumento do nível dos tratamentos e a similaridade de resistência mecânica entre os tempos de cura de 7 (tratamentos 1, 2, 3 e 4) e 28 dias (tratamentos 5, 6, 7 e 8). Os valores de resistência à tração na compressão diametral da mistura RCP para os diferentes tratamentos são verificados na faixa de 60 à 380 kPa.

A Tabela 5.6 ilustra a análise de variância da variável resposta em relação as variáveis controláveis da mistura RCP. A Figura 5.12 apresenta o gráfico de Pareto, explicitando, de forma visual, a magnitude de significância das variáveis controláveis do estudo.

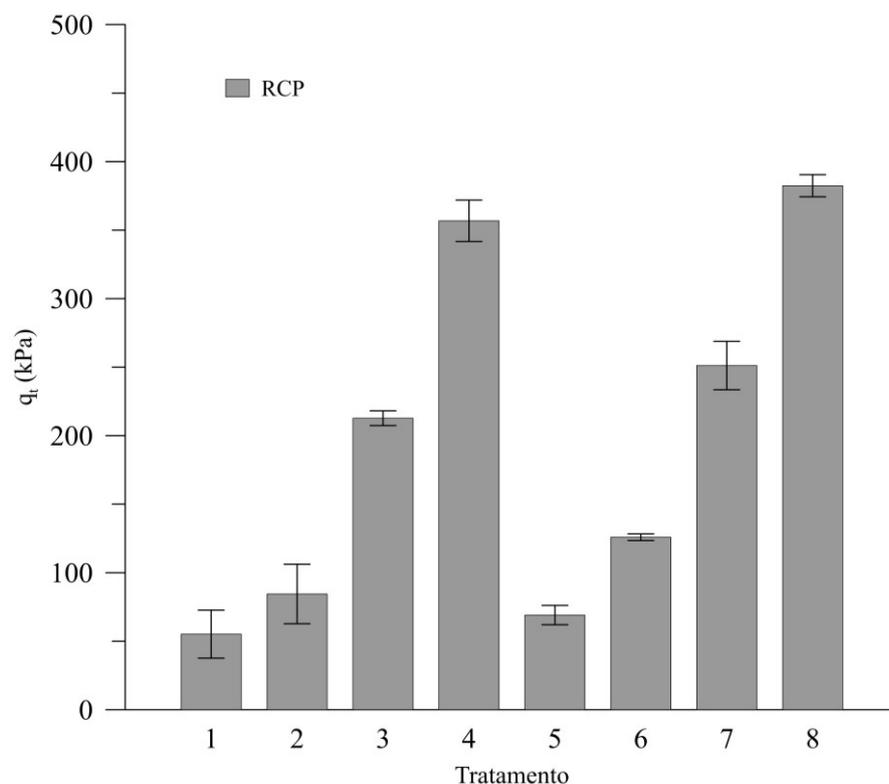


Figura 5.11 - Resistência à tração na compressão diametral média (RCP)

Tabela 5.6 – Tabela ANOVA para resistência à tração na compressão diametral (RCP)

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos quadrados ajustados	Quadrados médios ajustados	Valor-F	Valor-P	Significância (Valor-P < 0,05)
X – $\gamma_d$ (kN/m <sup>3</sup> )	1	35873	35873	122,34	0,000	Sim
Y – B (%)	1	241922	241922	825,03	0,000	Sim
Z – T (dias)	1	1996	1996	6,81	0,022	Sim
XY	1	13182	13182	44,95	0,000	Sim
XZ	1	149	149	0,51	0,488	Não
YZ	1	74	74	0,25	0,624	Não
XYZ	1	1671	1671	5,70	0,033	Sim
Erro	13	31252	2232			
Total	20	31982848				

S (desvio padrão) = 17,1 kPa

$R^2 = 0,988$

$R^2_{aj}$  (ajustado para graus de liberdade) = 0,981

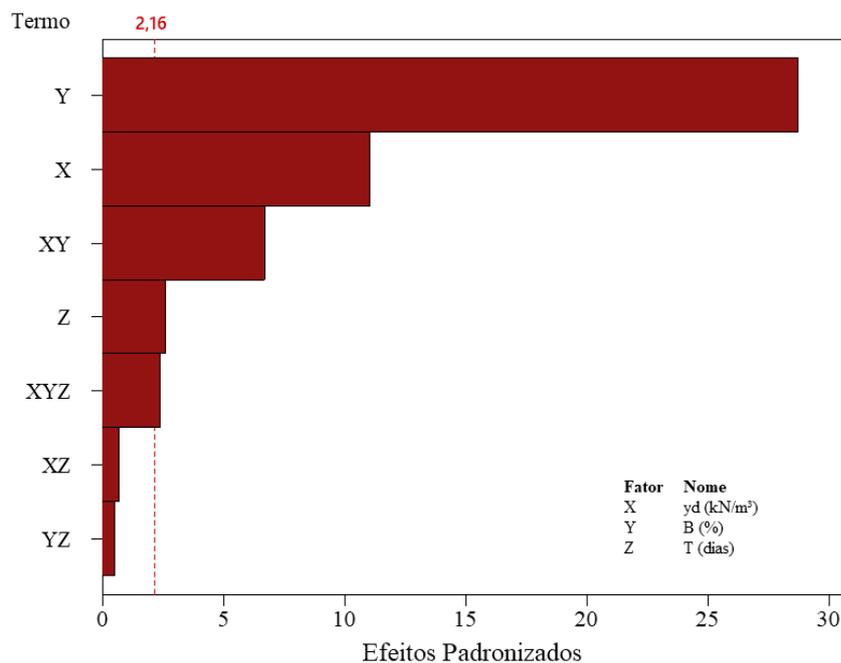


Figura 5.12 – Gráfico de Pareto para resistência à tração na compressão diametral (RCP)

De modo similar ao verificado para mistura RLA, a análise de variância da resistência à tração na compressão diametral para mistura RCP exibe semelhança ao observado para resistência à compressão simples da mesma mistura. A magnitude de significância das variáveis controláveis é mantida, entretanto as variáveis de segunda ordem relacionadas ao tempo de cura (YZ e XZ) não desempenham significância estatística (Valor-P > 0,05). Tal condição destaca novamente a baixa influência do tempo de cura na resposta mecânica da mistura RCP.

Como existe semelhança no comportamento estatístico das distintas variáveis respostas, opta-se por não exibir gráficos de efeitos principais e de interações. Assume-se, com base nos resultados obtidos na Tabela 5.6, que, dada a magnitude dos valores de resistência, os gráficos supracitados podem ser representados na Figura 5.7 e na Figura 5.8, respectivamente.

### 5.3 DURABILIDADE

Para análise de durabilidade por molhagem, secagem e escovação das misturas de resíduo de mineração com distintos agentes aglomerantes, avalia-se, inicialmente, a perda de massa individual de cada ciclo (PMI) e, posteriormente, a perda de massa acumulada em cada ciclo (PMA). Desta forma é possível verificar o comportamento mecânico para cada ciclo de ensaio e, por fim, comparar os resultados obtidos com as prescrições da NBR 13554 (ABNT, 2012) e da ASTM D559 (2015), que especificam distintos números totais de ciclos.

Para a mistura de resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado, têm-se a perda de massa individual e a perda de massa acumulada de cada ciclo apresentadas na Figura 5.13 e Figura 5.14, respectivamente.

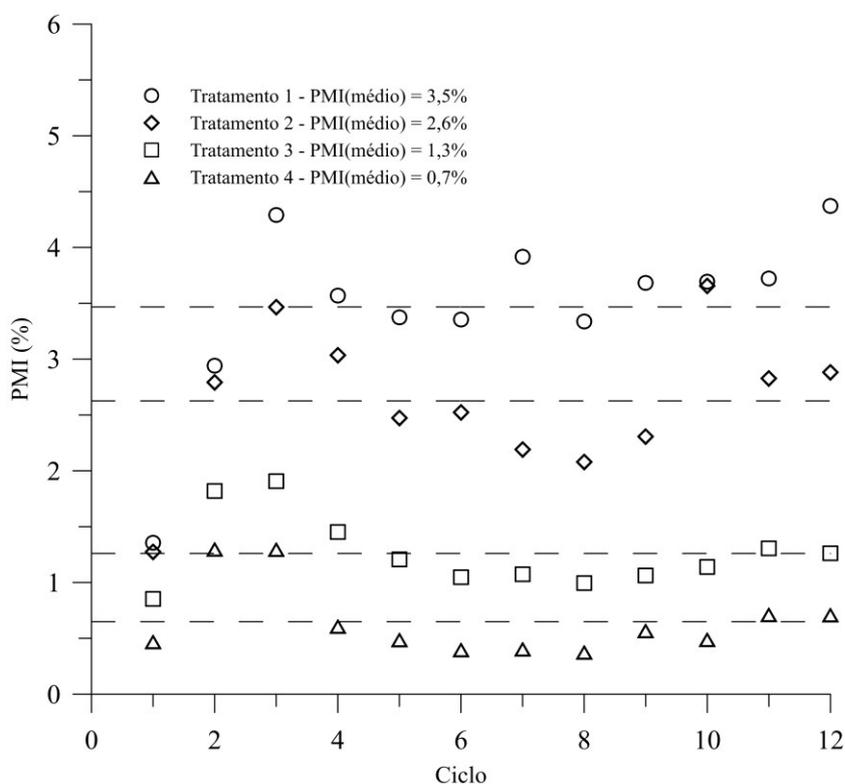


Figura 5.13 – Perda de massa individual em cada ciclo (RLA)

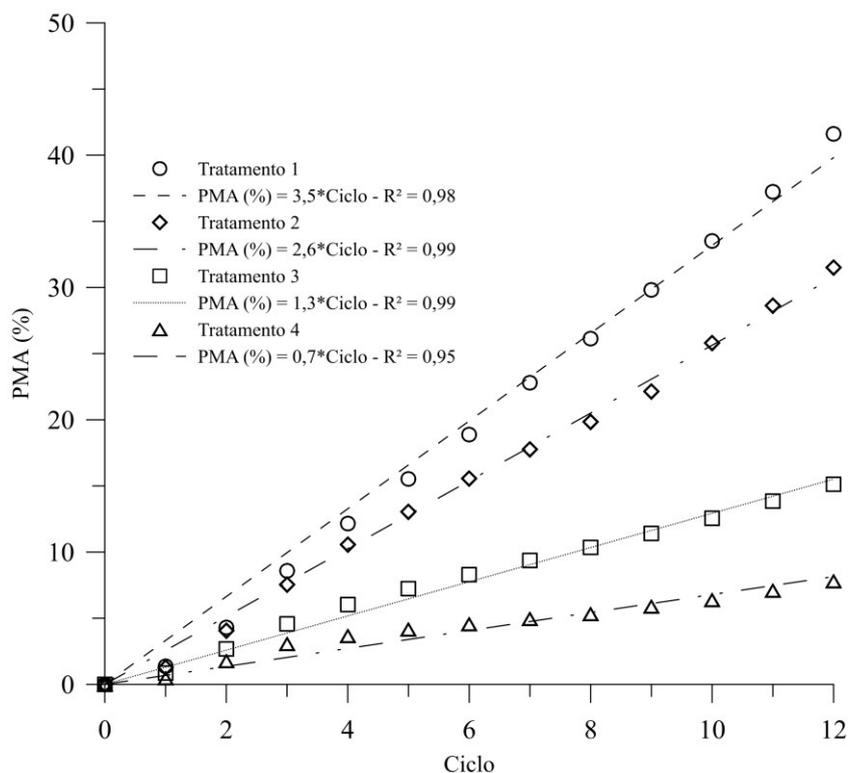


Figura 5.14 – Perda de massa acumulada em cada ciclo (RLA)

É possível observar a diminuição na perda de massa individual e, conseqüentemente, diminuição na perda de massa acumulada com aumento dos níveis das variáveis controláveis (peso específico aparente seco e teor de agente aglomerante). A perda de massa individual média exibe variação de 3,5 e 0,7% para os tratamentos 1 e 4, respectivamente, tendo uma razão de perda de massa individual próxima a 5 vezes do tratamento de nível inferior para o superior.

É verificada uma elevada taxa de perda de massa individual dos três primeiros ciclos de todos os tratamentos desenvolvidos, exibindo valores superiores à média do número total de ciclos. A partir do quarto ciclo, os resultados apresentam regularidade, estando próximo a média geral.

Para os tratamentos de níveis mínimos e máximos (1 e 4), a perda de massa acumulada aos 12 ciclos verificam valores próximos a 40 e 8%, respectivamente, enquanto que aos 6 ciclos constatam-se valores próximos a 20 e 4%. De modo geral, a perda de massa acumula apresenta uma tendência de crescimento linear com o número de ciclos empregados.

Para a mistura de resíduo de minério de ferro com cimento Portland, a perda de massa individual e a perda de massa acumulada são explicitadas na Figura 5.15 e Figura 5.16, respectivamente.

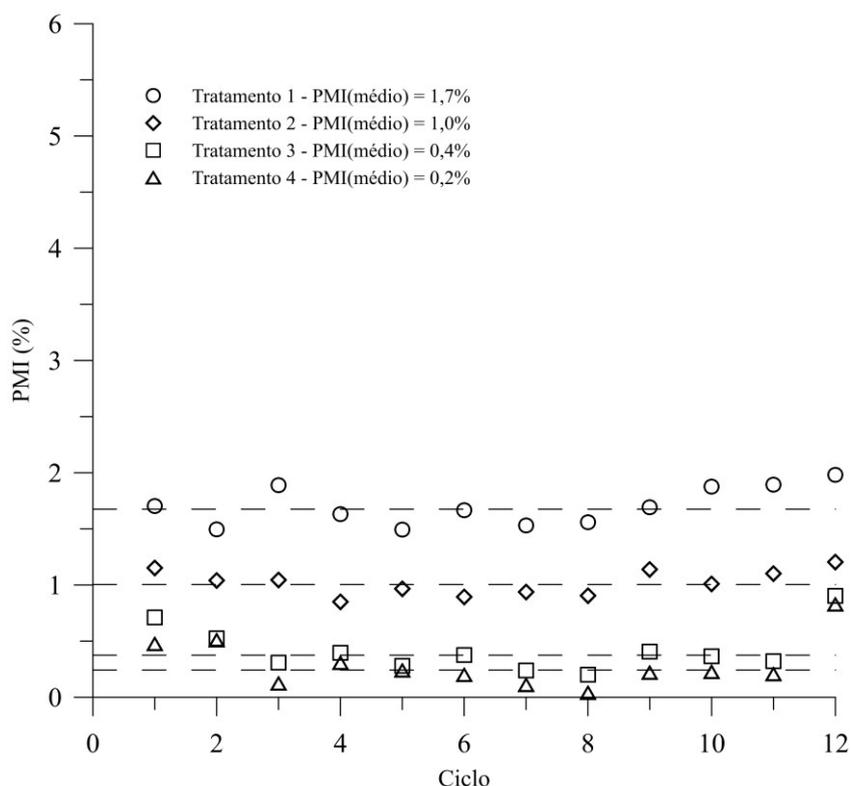


Figura 5.15 – Perda de massa individual em cada ciclo (RCP)

De modo similar ao observado para mistura RLA, é constatada uma diminuição na perda de massa individual e na perda de massa acumulada com aumento dos níveis das variáveis controláveis para mistura RCP. Os valores de perda de massa individual média são próximos a 1,7 e 0,2% para os tratamentos 1 e 4, respectivamente. Cabe destacar a maior taxa de perda de massa individual no primeiro e segundo ciclo observados para os tratamentos 3 e 4, com uma regularidade sendo estabelecida para os ciclos subsequentes.

A perda de massa acumulada aos 12 ciclos apresenta valores próximos a 20 e 3,5% para os tratamentos de níveis mínimos e máximos (1 e 4), respectivamente, enquanto que aos 6 ciclos verificam-se valores próximos a 9,9 e 1,9%, respectivamente. Os resultados de perda de massa acumulada indicam uma tendência de crescimento linear com o aumento do número de ciclos.

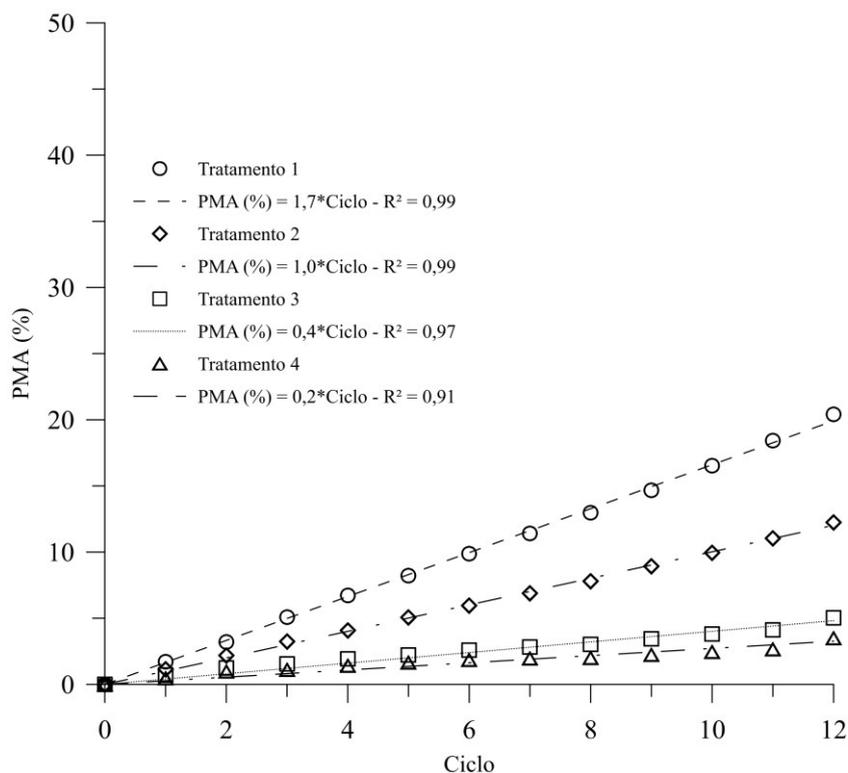


Figura 5.16 – Perda de massa acumulada em cada ciclo (RCP)

De modo geral, para ambas misturas de resíduo de minério de ferro e agente aglomerante, contata-se um comportamento de durabilidade similar, com diminuição da perda de massa individual e acumulada com aumento do peso específico aparente seco (*i.e.*, diminuição do índice de vazios e da porosidade) e elevação do teor de agente aglomerante. Tal condição é observada de maneira similar para os ensaios de resistência mecânica, ou seja, a diminuição da porosidade e o aumento do teor de agente aglomerante indicam uma elevação no grau de cimentação e, conseqüentemente, melhora nas propriedades mecânica do material cimentado.

Tanto para a mistura RLA quanto para a mistura RLA, é verificada uma maior perda de massa para o grupo de tratamentos 1 e 2 (*i.e.*,  $\gamma_d$  de 19,2 e 20,5 kN/m<sup>3</sup>, respectivamente, e B de 3%) e uma menor para o grupo de tratamentos 3 e 4 (*i.e.*,  $\gamma_d$  de 19,2 e 20,5 kN/m<sup>3</sup>, respectivamente, e B de 6%), ou seja, o aumento no teor de agente aglomerante expressa maior efeito na durabilidade de misturas em comparação ao peso específico aparente seco.

Outro fator importante a ser analisado é referente ao número de ciclos de molhagem, secagem e escovação empregados, pois imprime aumento na perda de massa acumulada. A NBR 13554 (ABNT, 2012) indica um total de seis ciclos, enquanto a ASTM D559 (2015) emprega o uso de doze ciclos, sendo assim a normativa brasileira é mais conservadora em relação a normativa americana, o que pode levar, dependendo do nível de perda de massa individual por ciclo, a resultados muito inferiores ao observados em campo.

#### 5.4 CORRELAÇÕES COM O ÍNDICE POROSIDADE POR TEOR VOLUMÉTRICO DE AGENTE AGLOMERANTE

Foppa (2005) estabeleceu uma relação entre resistência à compressão simples ( $q_u$ ) e a razão da porosidade por teor volumétrico de cimento ( $\eta/C_{iv}$ ) (*vide* Equação 2.6) para solos artificialmente cimentados, sendo posteriormente verificada como para outros parâmetros (*e.g.*, resistência à tração na compressão diametral, módulo de elasticidade, durabilidade por molhagem, secagem e escovação), para outros materiais geotécnicos convencionais (*e.g.*, pedregulhos, areias, siltes, argilas e/ou combinações destes materiais) e para outros materiais geotécnicos não convencionais (*e.g.*, resíduos de mineração) (VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009; CONSOLI *et al.*, 2010, 2017, 2022; ROJAS, 2012; FLOSS, 2013; RIOS *et al.*, 2013).

Winter (2018), tomando como base o recorrente uso de outros tipos de agentes aglomerantes (*e.g.*, cales, cales e materiais pozolânicos e/ou ligantes álcali-ativados), propôs o uso de uma relação do parâmetro de interesse (*e.g.*, resistência mecânica, rigidez e/ou durabilidade) com a razão entre porosidade e teor de volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{iv}$ ). O autor obteve êxito na correlação de diversos parâmetros de interesse com diferentes agentes aglomerantes, demonstrando a possibilidade de uso do índice  $\eta/B_{iv}$ .

De modo a traçar um comparativo entre os diferentes agentes aglomerantes do estudo (ligante álcali-ativado e cimento Portland) será utilizado o índice  $\eta/B_{iv}$  de forma igual para ambos materiais, não adotando o termo  $\eta/C_{iv}$ , de uso exclusivo para mistura com cimento Portland.

#### 5.4.1 Correlação entre $q_u$ e índice $\eta/B_{iv}$

A relação entre a resistência à compressão simples ( $q_u$ ) e a razão entre porosidade e teor volumétrico de agente aglomerante ( $B_{iv}$ ) é dada pela Equação 5.1. Os termos  $D$ ,  $E$  e  $n$  são coeficientes de ajustes análogos aos utilizados por Foppa (2005).

$$q_u = D * \left( \frac{\eta}{B_{iv}^n} \right)^E \quad (5.1)$$

Os valores resistência à compressão simples em função do índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante para as misturas de resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado e cimento Portland são ilustradas na Figura 5.17 e Figura 5.18, respectivamente. Os resultados são expressados para os diferentes tempos de cura de 7 e 28 dias.

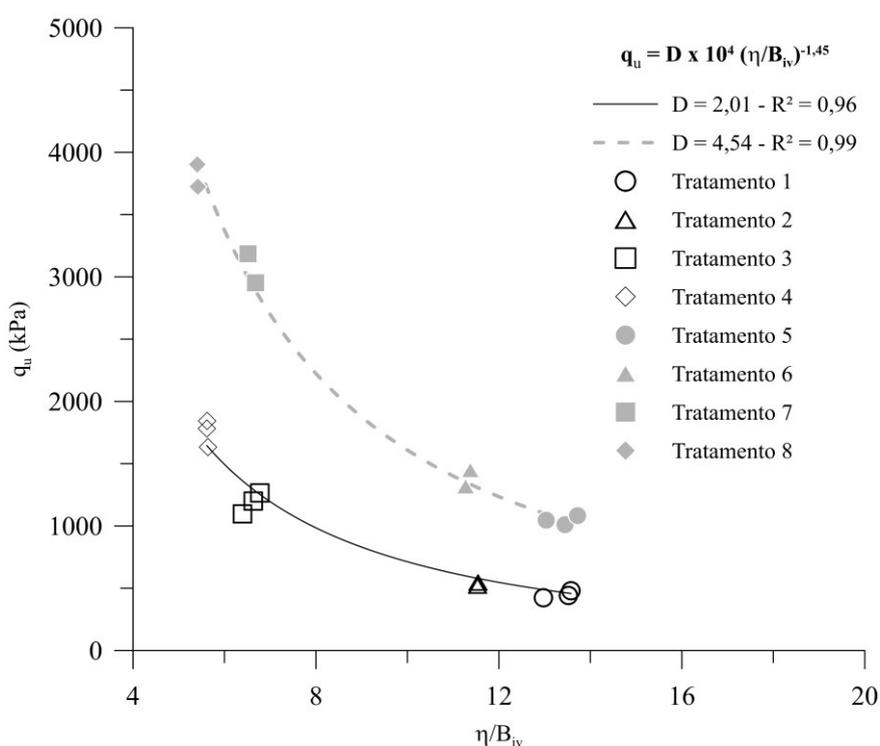


Figura 5.17 – Relação entre resistência à compressão simples e índice  $\eta/B_{iv}$  (RLA)

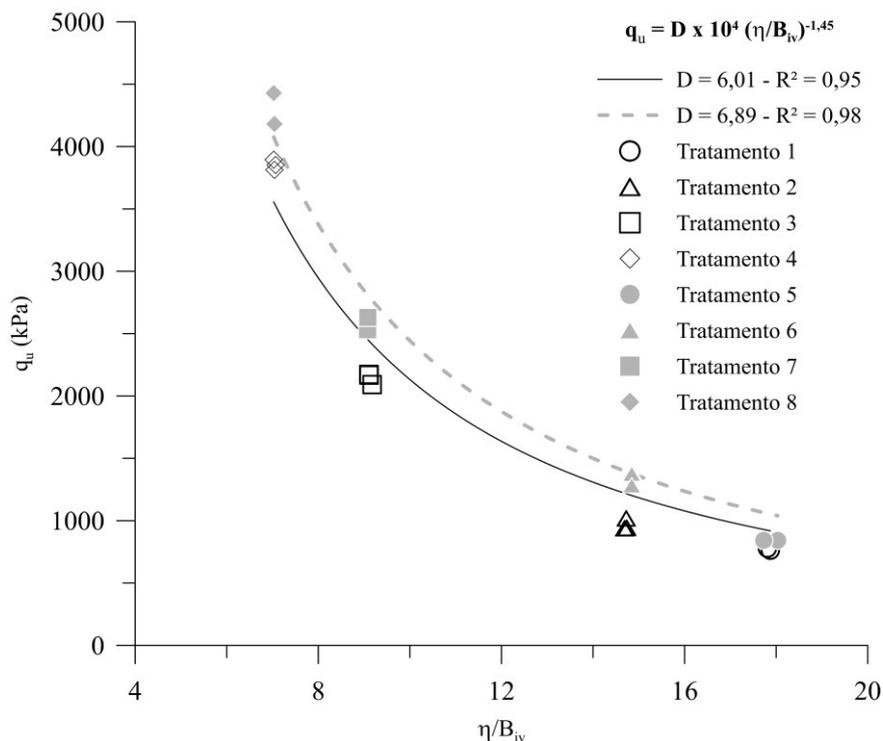


Figura 5.18 – Relação entre resistência à compressão simples e índice  $\eta/B_{iv}$  (RCP)

Para ambas misturas com diferentes idades é observado um elevado coeficiente de determinação ( $R^2$ ), com valores na faixa de 0,95 à 0,99. Jarushi *et al.* (2015) identifica que, para análises de engenharia geotécnica, coeficientes de determinação de magnitude superiores à 0,9 são classificados como muito fortes, verificando alto potencial uso das equações.

De modo geral, em concordância ao verificado por diversos autores (FOPPA, 2005; VIANA DA FONSECA *et al.*, 2009; BRUSCHI, 2020; MARTINATTO, 2021; CONSOLI *et al.*, 2022) o aumento do índice  $\eta/B_{iv}$  expressa uma diminuição na resistência à compressão simples. Este efeito é verificado devido a um aumento na porosidade que diminui o intertravamento das partículas e, conseqüentemente, redução da parcela de resistência friccional e/ou por uma redução das reações químicas de cimentação ocasionadas pela menor disponibilidade de agente aglomerante para desenvolvimento destas.

Para o resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado, as Equações 5.2 e 5.3 representam a resposta mecânica à compressão simples (com unidade em quilo Pascal – kPa) em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para os tempos de cura de 7 e 28 dias, respectivamente.

$$q_u(\text{kPa}) = 2,01 * 10^4 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.2)$$

$$q_u(\text{kPa}) = 4,54 * 10^4 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.3)$$

Para o resíduo de minério de ferro com cimento Portland, as Equações 5.4 e 5.5 representam a resposta mecânica à compressão simples (com unidade em quilo Pascal – kPa) em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para os tempos de cura de 7 e 28 dias, respectivamente.

$$q_u(\text{kPa}) = 6,01 * 10^4 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.4)$$

$$q_u(\text{kPa}) = 6,89 * 10^4 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.5)$$

Para ambas misturas de resíduo de mineração com agente aglomerante, é fixado o parâmetro  $k$  em valor unitário, devido ao melhor ajuste observado, e o parâmetro  $E$  em valor de -1,45, por ser um ajuste comum as distintas misturas analisadas. A alteração observada nas correlações é dada através do coeficiente  $D$ , sendo diferente para cada mistura de material cimentado e para cada idade de cura analisada. Dado o fator de que os coeficientes  $E$  e  $n$  são comuns as quatro equações supracitadas, a análise comparativa entre as diferentes misturas (RLA e RCP) e os diferentes tempos de cura (7 e 28 dias) podem ser desenvolvidas tomando como base o coeficiente  $D$ .

Avaliando o tempo de cura, tem-se que a razão de resistência à compressão simples para os tempos de cura de 7 e 28 dias para ambas misturas é dada por:

$$\frac{Q_u \text{ 7 dias RLA}}{Q_u \text{ 28 dias RLA}} = \frac{2,01 * 10^4 \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{-1,45}}{4,54 * 10^4 \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{-1,45}} = 44,3\%$$

$$\frac{Q_u \text{ 7 dias RCP}}{Q_u \text{ 28 dias RCP}} = \frac{6,01 * 10^4 \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{-1,45}}{6,89 * 10^4 \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{-1,45}} = 87,2\%$$

É verificado então, que para mistura RLA, a resistência à compressão simples aos 7 dias de cura representa aproximadamente 44,3% da resistência mecânica aos 28 dias. Neste cenário, observa-se consonância ao obtido através da análise de variância (*vide* Tabela 5.3), que o tempo de cura é uma variável chave na alteração da resistência mecânica.

Em relação a mistura, para mistura RCP, a razão é dada a valor próximo a 87,2%, indicando que aos 7 dias de cura uma considerável parte da resistência mecânica aos 28 dias atingida. Tal efeito verifica concordância ao obtido na análise de variância (*vide* Tabela 5.4), que indica uma significância estatística do tempo de cura como variável controlável, porém em menor escala quando compara as demais (peso específico aparente seco e teor de agente aglomerante).

Consoli *et al.* (2021) descrevem a possibilidade de normalização do comportamento mecânico frente a distintas variáveis de análise (*e.g.*, tempo de cura, temperatura, agente aglomerante) através especificação de um índice  $\eta/B_{iv}$ . Neste contexto, é possível obter uma única correlação matemática para previsão da resposta mecânica do material cimentado.

A Figura 5.19 exhibe os valores de resistência à compressão simples normalizados para as distintas misturas de resíduo de mineração e agentes aglomerantes e para os diferentes tempos de cura em análise. A normalização é dada a partir da razão entre os resultados de resistência à compressão simples obtidos e a resistência mecânica obtida através das equações de correlação estabelecidas (Equação 5.2 até Equação 5.5) submetidas a um índice  $\eta/B_{iv}$  fixo de 12.

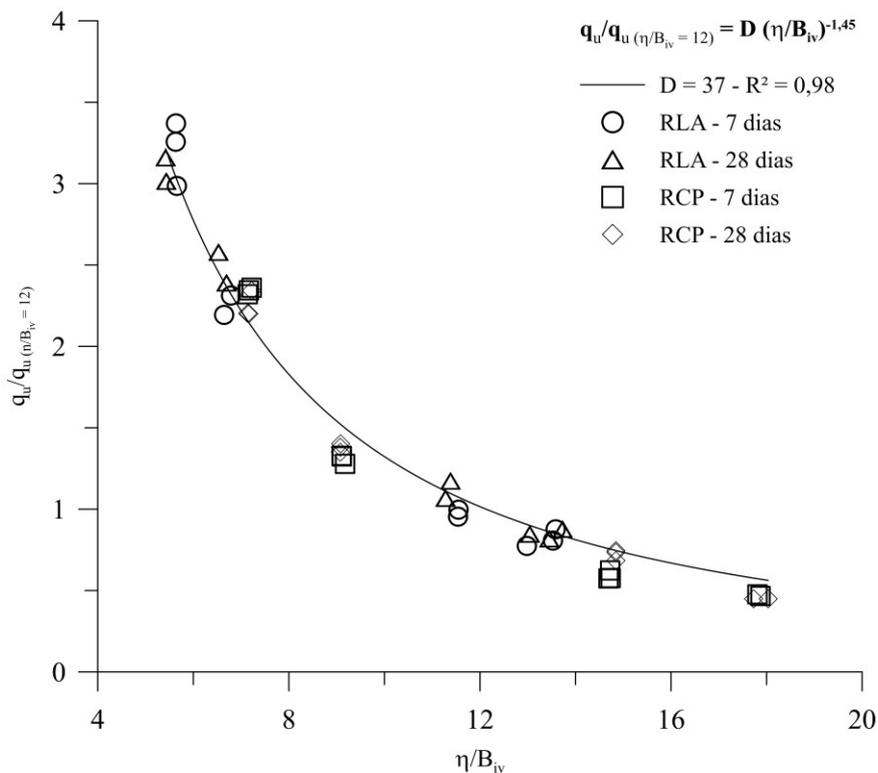


Figura 5.19 – Relação entre resistência à compressão simples normalizada e índice  $\eta/B_{iv}$

A resistência à compressão simples normalizada em função do índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante exibe elevado coeficiente de determinação, indicando a possibilidade de uso desta correlação para previsão do comportamento mecânico de compressão simples para diferentes tempos de cura e distintos agentes aglomerantes. É possível destacar a permanência dos parâmetros  $E$  e  $n$  como coeficientes fixos e coincidentes aos observados nas Figuras 5.17 e 5.18, em contrapartida ao observado para o coeficiente  $D$  que exibe valor de 37, distinto dos demais obtidos. A Equação 5.6 exibe o exposto na Figura 5.19.

$$\frac{q_u}{q_u(\eta/B_{iv}=12)} = 37 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.6)$$

### 5.4.2 Correlação entre $q_t$ e índice $\eta/B_{iv}$

A relação entre a resistência à tração na compressão diametral ( $q_u$ ) e a razão entre porosidade e teor volumétrico de agente aglomerante ( $B_{iv}$ ) é dada pela Equação 5.7, sendo baseada na Equação 5.1. Conforme observado para os ensaios de resistência à compressão simples, os termos  $D$ ,  $E$  e  $n$  são coeficientes de ajustes.

$$q_t = D * \left( \frac{\eta}{B_{iv}^n} \right)^E \quad (5.7)$$

Os valores resistência à tração na compressão diametral em função do índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante para as misturas de resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado e cimento Portland são ilustradas nas Figuras 5.20 e 5.21, respectivamente. Os resultados são explicitados para os distintos tempos de cura de 7 e 28 dias.

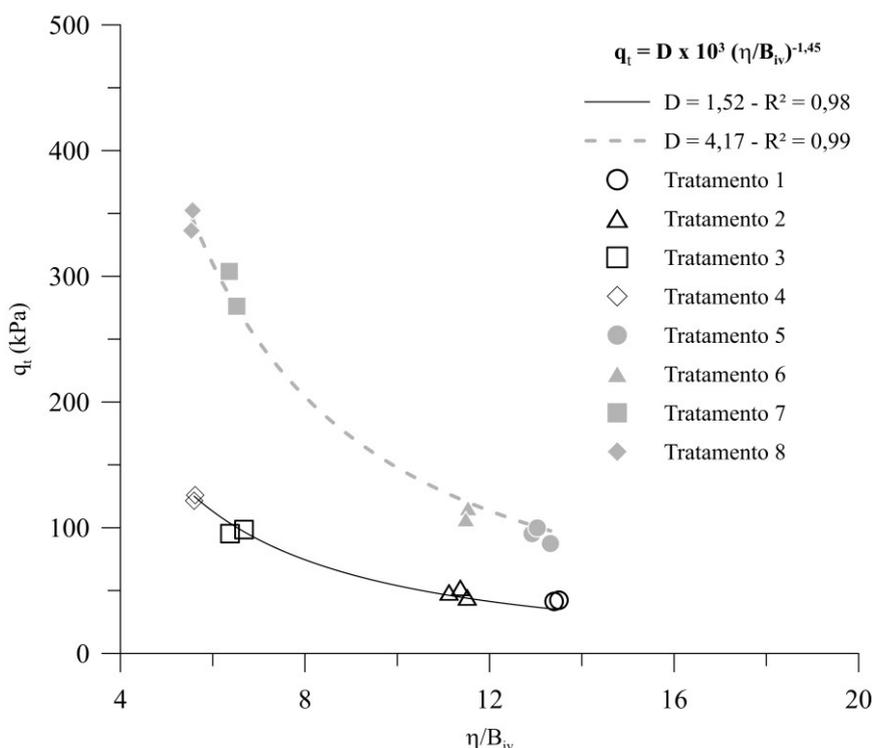


Figura 5.20 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral e índice  $\eta/B_{iv}$  (RLA)

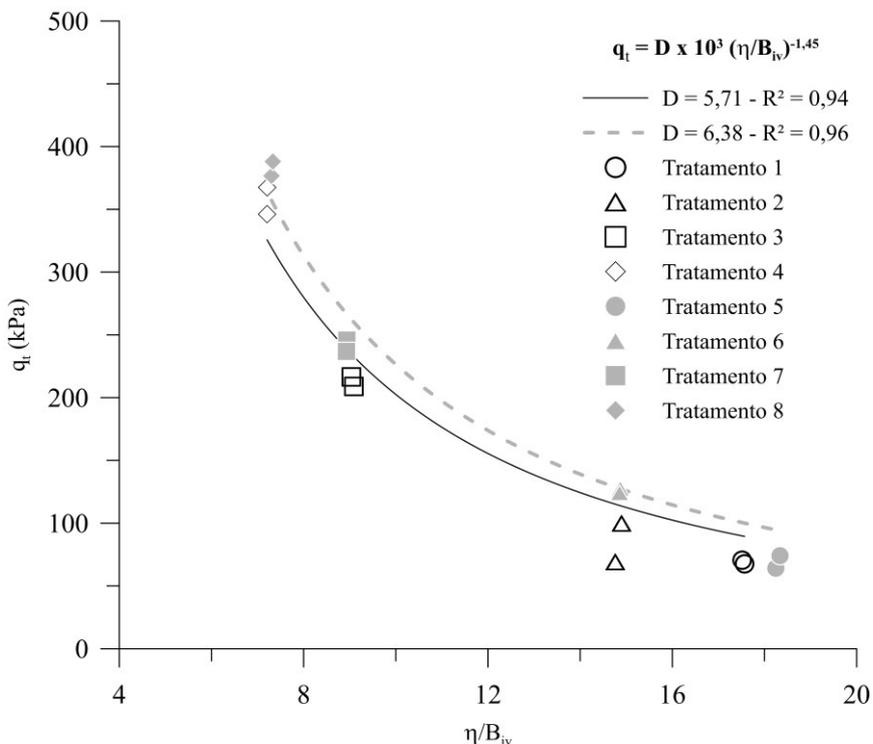


Figura 5.21 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral e índice  $\eta/B_{iv}$  (RCP)

De modo idêntico ao verificado para os ensaios de resistência à compressão simples (*vide* Figuras 5.17 e 5.18), ambas misturas com diferentes tempos de cura dispõe de elevados coeficientes de determinação (entre 0,94 e 0,99). O comportamento mecânico é semelhante ao observado por distintos autores na literatura (CONSOLI *et al.*, 2010; FLOSS, 2012; BRUSCHI, 2020) com diminuição da resistência à tração em função do aumento do índice  $\eta/B_{iv}$ .

Para o resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado, as Equações 5.8 e 5.9 exibem a resposta mecânica à tração na compressão diametral (com unidade em quilo Pascal – kPa) em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para os tempos de cura de 7 e 28 dias, respectivamente.

$$q_t(\text{kPa}) = 1,52 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.8)$$

$$q_t(\text{kPa}) = 4,17 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.9)$$

Para o resíduo de minério de ferro com cimento Portland, as Equações 5.10 e 5.11 ilustram o comportamento mecânico na compressão diametral (com unidade em quilo Pascal – kPa) em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para os tempos de cura de 7 e 28 dias, respectivamente.

$$q_t(\text{kPa}) = 5,71 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.10)$$

$$q_t(\text{kPa}) = 6,38 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.11)$$

De forma semelhante ao adotado para ensaios de compressão simples, em ambas misturas de resíduo de mineração com agentes aglomerantes, são fixados os parâmetros  $E$  e  $n$ , com valores de -1,45 e 1, respectivamente. A variação verificada nas correlações é dada através do coeficiente  $D$ . Devido à similaridade dos coeficientes  $E$  e  $n$  nas quatro equações supracitadas, a avaliação comparativa entre as diferentes misturas (RLA e RCP) e os diferentes tempos de cura (7 e 28 dias) são ser desenvolvidos tomando como base o coeficiente  $D$ .

Assim como observado nos ensaios de compressão simples, há um aumento na resistência com crescimento do tempo de cura. Sendo assim, tem-se que a razão de resistência à tração na compressão diametral para os tempos de cura de 7 e 28 dias de ambas misturas é dada por:

$$\frac{q_t \text{ 7 dias RLA}}{q_t \text{ 28 dias RLA}} = \frac{1,52 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45}}{4,17 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45}} = 36,5\%$$

$$\frac{q_t \text{ 7 dias RCP}}{q_t \text{ 28 dias RCP}} = \frac{5,71 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45}}{6,38 * 10^3 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45}} = 89,5\%$$

Para mistura RLA, a razão de resistência à tração dos 7 e 28 dias de cura é de 36,5%. Nos ensaios de resistência à compressão simples a razão entre as mesmas distintas idades foi de 44,3%, sendo assim há uma pequena diferença entre os valores observados. As correlações entre resistência mecânica e índice  $\eta/B_{iv}$  são aproximações matemáticas utilizada para previsão de comportamento mecânico em função de parâmetros de moldagem e de composição dos materiais em estudo, como estas são curvas de ajuste com certo grau de incerteza estima-se que, para mistura RLA, a razão de resistência mecânica (*i.e.*, tanto compressão simples quando compressão diametral) aos 7 dias de cura representam cerca de 40% da resistência aos 28 dias.

Para a mistura RCP, a razão de resistência à tração na compressão diametral é tida com valor próximo a 89,5%. Nos ensaios de resistência à compressão a razão verificada foi de 87,2%. Levando em conta a incerteza matemática associada as curvas de ajuste matemáticas, é possível estabelecer que, para mistura RCP, a razão de resistência mecânica aos 7 dias de cura representa aproximadamente 90% da resistência aos 28 dias.

Tomando como base o estudo de Consoli *et al.* (2021) e o êxito na normalização da resistência à compressão simples, optou-se por buscar o mesmo ajuste para os ensaios de resistência na compressão diametral. A Figura 5.22 apresenta os valores de resistência à tração normalizados para diferentes misturas de resíduo de minério de ferro com agentes cimentantes e distintos tempos de cura. De modo análogo ao realizado para os ensaios de compressão simples, a normalização foi dada a partir da fixação do índice  $\eta/B_{iv}$  de 12.

A curva de ajuste de resistência à tração na compressão diametral normalizada em função do índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante desempenha elevado coeficiente de determinação, indicando a possibilidade de uso desta correlação para previsão do comportamento mecânico. Novamente, é observada a permanência dos parâmetros  $E$  e  $n$  como coeficientes fixos e coincidentes aos observados nas Figuras 5.17, 5.18, 5.19, 5.20 e 5.21. De modo similar ao observado na Figura 5.19 e na Equação 5.6, o coeficiente  $D$  apresenta valor de 37, idêntico ao observado na normalização realizada para os ensaios de resistência à compressão simples. A Equação 5.12 destaca o exposto na Figura 5.22.

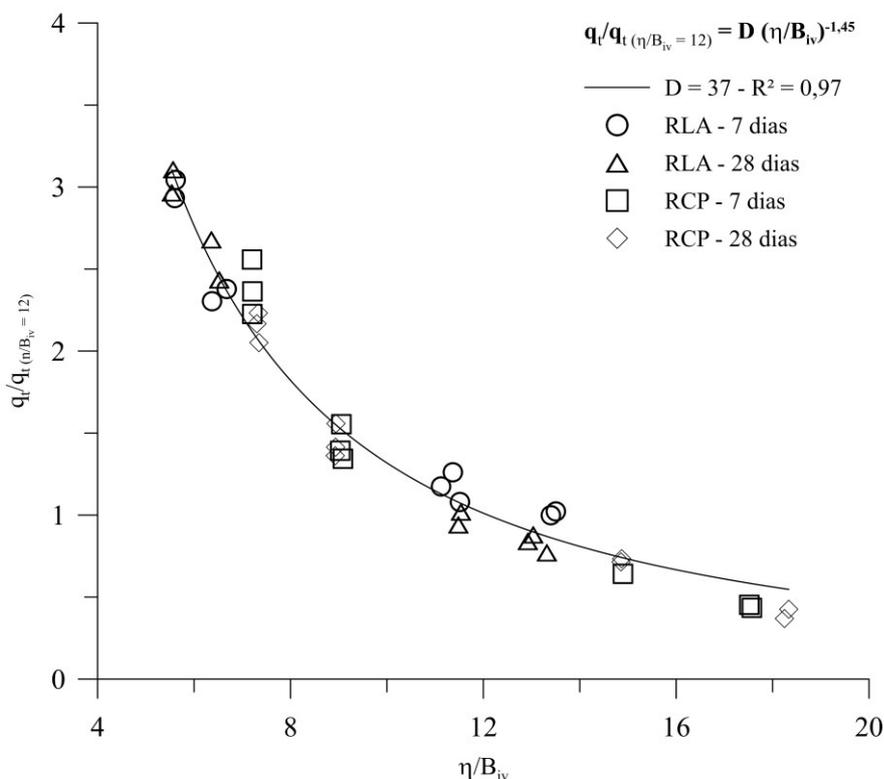


Figura 5.22 – Relação entre resistência à tração na compressão diametral normalizada e índice  $\eta/B_{iv}$

$$\frac{q_t}{q_{t(\eta/B_{iv}=12)}} = 37 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.12)$$

#### 5.4.3 Correlação entre PMA e índice $\eta/B_{iv}$

A avaliação da durabilidade por ciclos de molhagem, secagem e escovação das misturas de resíduo de mineração com agentes aglomerantes será realizada tomando como base a perda de massa acumulada em distintos ciclos. A relação entre a perda de massa acumulada e a razão porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante é demonstrada na Equação 5.13. Os termos  $M$ ,  $N$  e  $n$  são coeficientes de ajuste do modelo matemático.

$$PMA = M * \left( \frac{\eta}{B_{iv}^n} \right)^N \quad (5.13)$$

Os resultados de perda de massa acumulada dos ciclos 3, 6, 9 e 12 do ensaio de durabilidade foram correlacionados com o índice  $\eta/B_{iv}$ , de forma análoga ao realizado para os ensaios de resistência à compressão simples e compressão diametral. Os valores de perda de massa de massa por ciclo supracitado em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para o resíduo de mineração com ligante álcali-ativado e cimento Portland são ilustrados nas Figuras 5.23 e 5.24, respectivamente.

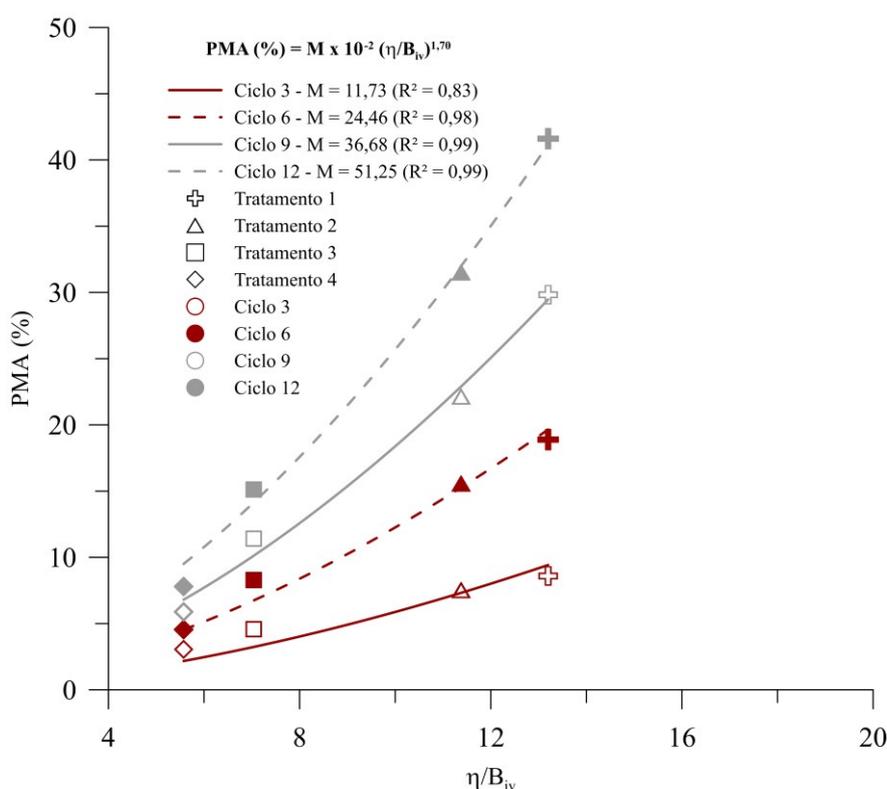


Figura 5.23 – Relação entre perda de massa acumulada em diferentes ciclos e índice  $\eta/B_{iv}$  (RLA)

Para ambas misturas de resíduo de mineração com agentes aglomerantes são verificados elevados coeficientes de determinação, com valores na faixa de 0,83 à 0,99, ou seja, alto potencial de previsão da perda de massa acumulada em diferentes ciclos a partir do índice  $\eta/B_{iv}$ . O coeficiente de determinação de 0,83 foi observado para o terceiro ciclo da mistura RLA, sendo destacado como o mais distante em comparação as demais correlações, porém tal valor ainda imprime forte relação entre as variáveis em estudo (JARUSHI *et al.*, 2015).

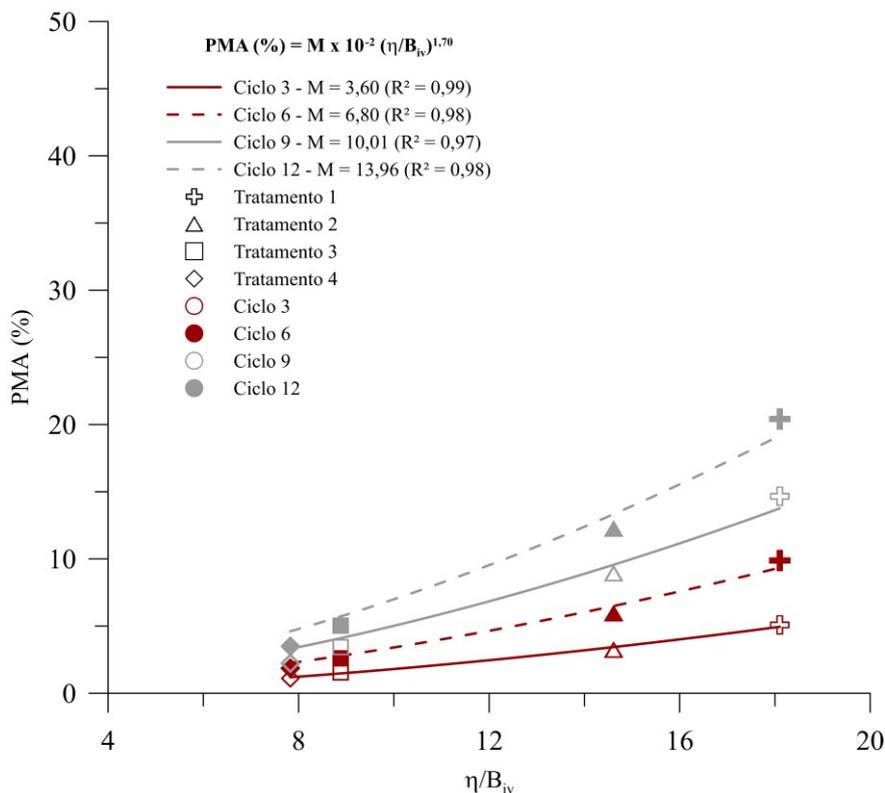


Figura 5.24 – Relação entre perda de massa acumulada em diferentes ciclo e índice  $\eta/B_{iv}$  (RCP)

Em consonância ao analisado por diversos autores na literatura (CONSOLI *et al.*, 2017; BRUSCHI, 2020; MARTINATTO, 2021) o aumento do índice  $\eta/B_{iv}$  expressa uma elevação na perda de massa acumulada, ou seja, há uma degradação na resistência mecânica do material geotécnico cimentado. O aumento da porosidade e/ou a diminuição do teor de agente aglomerante imprimem efeitos de diminuição do intertravamento, diminuição da superfície de contato, diminuição do potencial de cimentação e diminuição das parcelas de resistência friccional e coesiva, de modo análogo ao observado nos ensaios de resistência à compressão simples e tração na compressão diametral explicitados.

Para ambas misturas de resíduo de mineração com agentes aglomerantes nos diferentes ciclos de durabilidade, os coeficientes  $N$  e  $n$  mantem-se fixos, com valores de 1,70 e 1, respectivamente, tendo alteração somente no parâmetro  $M$ . O coeficiente elevado no índice  $\eta/B_{iv}$ , E para resistência mecânica e  $N$  para durabilidade, apresentam sinais de contrários e valores de módulo diferentes para cada caso. O coeficiente  $n$  é unitário e comum aos ensaios.

Para o resíduo de mineração com ligante álcali-ativado, as Equações 5.14, 5.15, 5.16 e 5.17 representam a perda de massa acumulada (percentual) em função do índice  $\eta/B_{iv}$  para os distintos ciclos de análise, respectivamente.

$$PMA_{\text{ciclo } 3} (\%) = 11,73 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.14)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 6} (\%) = 24,46 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.15)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 9} (\%) = 36,93 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.16)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 12} (\%) = 51,25 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.17)$$

Para o resíduo de mineração com cimento Portland, as Equações 5.18, 5.19, 5.20 e 5.21 ilustram a relação entre a perda de massa acumulada (percentual) e o índice  $\eta/B_{iv}$  para os diferentes ciclos de durabilidade, respectivamente.

$$PMA_{\text{ciclo } 3} (\%) = 3,60 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.18)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 6} (\%) = 6,80 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.19)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 9} (\%) = 10,01 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.20)$$

$$PMA_{\text{ciclo } 12} (\%) = 13,96 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.21)$$

Como já descrito anteriormente, a NBR 13554 (ABNT, 2012) e a ASTM D559 (2015) estabelecem como 6 e 12 ciclos de molhagem, secagem e escovação como pontos máximos de análise, respectivamente. Logo, levando em conta diferentes condições de moldagem e teores de agente aglomerante, é possível estabelecer o nível de perda de massa da acumulado obtido pela ASTM D559 (2015) em comparação com a NBR 13554 (ABNT, 2012), sendo:

$$\frac{PMA_{\text{ciclo 12 RLA}}}{PMA_{\text{ciclo 6 RLA}}} = \frac{51,25 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}}{24,46 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}} \cong 2,1$$

$$\frac{PMA_{\text{ciclo 12 RCP}}}{PMA_{\text{ciclo 6 RCP}}} = \frac{13,96 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}}{6,80 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}} \cong 2,1$$

É observado, que a ASTM D559 (2015) indica valores próximos ao dobro de perda de massa acumulada em comparação a NBR 13554 (ABNT, 2012), tal condição pode ser crucial para avaliação as condições de durabilidade de materiais geotécnicos cimentados, tendo em vista que a norma brasileira fornece resultados muito conservadores. O efeito do número reduzido de ciclos na análise pode gerar um dimensionamento errôneo em projetos que levem conta aspectos relacionados a durabilidade do material.

Em relação aos distintos materiais geotécnicos cimentados em análise, é perceptível a maior perda de massa acumulada em misturas envolvendo o ligante álcali-ativado como agente aglomerante. O cimento Portland apresentou melhor desempenho ao longo dos ciclos de durabilidade por molhagem, secagem e escovação. A razão de perda de massa acumulada para ao décimo segundo ciclo entre as misturas RLA e RCP pode ser dada como:

$$\frac{PMA_{\text{ciclo 12 RLA}}}{PMA_{\text{ciclo 12 RCP}}} = \frac{51,25 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}}{13,96 * 10^{-2} \left(\frac{\eta}{B_{iv}}\right)^{1,70}} \cong 3,7$$

Sendo assim, a mistura RLA exibe valores de perda de massa acumulada próximos a quatro vezes maiores em comparação a mistura RCP. A elevada perda de massa acumulada da mistura com ligante álcali-ativado indica a necessidade de níveis inferiores do índice  $\eta/B_{iv}$  para obter resultados similares as misturas com cimento Portland.

*Portland Cement Association* – PCA (1992) estipula limites de perda de massa acumulada aos 12 ciclos para mistura solo-cimento, sendo o valor máximo definido em função do tipo de solo em estudo. O resíduo de mineração utilizado é classificado no grupo A-4, segundo a ASTM D3282 (2015) e, de acordo com as diretrizes da PCA (1992), a perda de massa acumulada não deve ser superior a 10% ao fim dos 12 ciclos de molhagem, secagem e escovação. Neste contexto, a Figura 5.25 apresenta as curvas perda de massa acumulada em função do índice  $\eta/B_{iv}$ , explicitando as zonas usuais e não usuais de acordo com a PCA (1992).

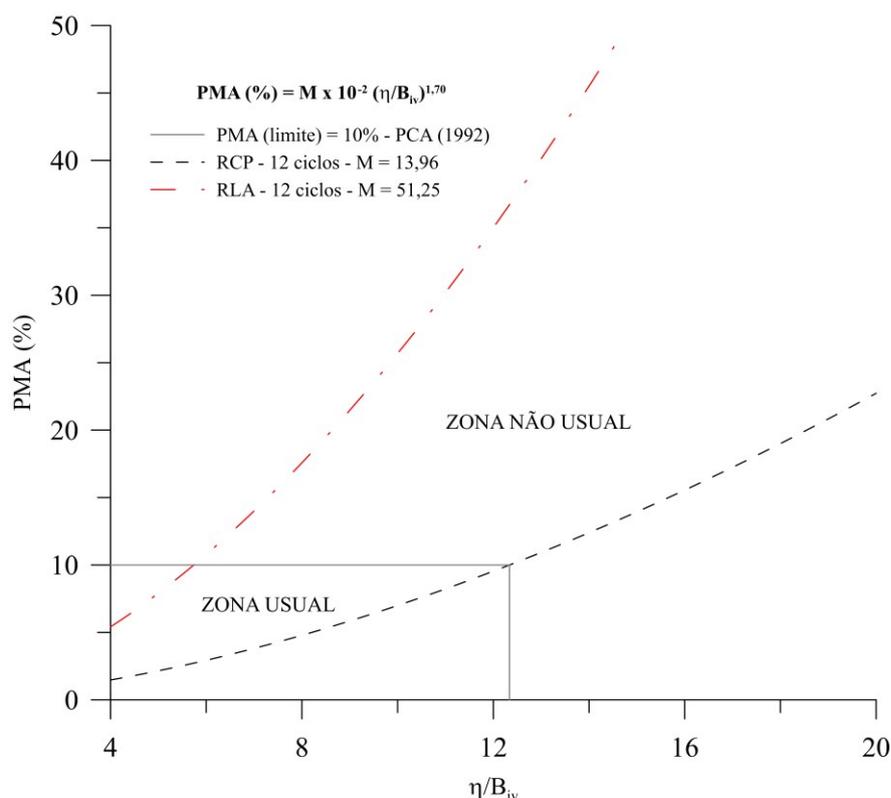


Figura 5.25 – Zonas usuais e não usuais de *PMA* e índice  $\eta/B_{iv}$  (RLA e RCP)

Conforme ilustrado na Figura 5.25, tomando como referência o limite definido pela PCA (1992) e as Equações 5.17 e 5.21, tem-se que os valores de índice  $\eta/B_{iv}$  máximos que podem ser empregados para atender o limite máximo de 10% de perda de massa acumulada são:

$$PMA_{\text{ciclo 12 RLA}} = 10\% \rightarrow \left(\eta/B_{iv}\right)_{\text{máximo para RLA}} = 5,7$$

$$PMA_{\text{ciclo 12 RCP}} = 10\% \rightarrow \left(\eta/B_{iv}\right)_{\text{máximo para RCP}} = 12,3$$

Sendo assim, para atender requisitos de uso estabelecidos pela PCA (1992) os valores máximos de índice  $\eta/B_{iv}$  devem ser de 5,7 e 12,3 para misturas de resíduo de mineração com ligante álcali-ativado e com cimento Portland, respectivamente. Valores de índice  $\eta/B_{iv}$  superiores aos supracitados resultam em perdas de massa acumulada acima de 10%.

De modo análogo ao desenvolvido para os ensaios de resistência à compressão simples e tração na compressão diametral, para os ensaios de durabilidade será realizada uma normalização dos resultados de perda de massa acumulada em função de um índice  $\eta/B_{iv}$  específico. O processo de normalização será executado para os diferentes ciclos expostos nas Figuras 5.23 e 5.24 e para as distintas misturas de resíduo de mineração e agentes cimentantes.

A Figura 5.26 ilustra os resultados de perda de massa acumulada normalizada em função do parâmetro  $\eta/B_{iv}$ . A normalização é realizada a partir da razão entre os resultados de perda de massa acumulada obtidos e previstos nas equações de correlação estabelecidas (Equação 5.14 até Equação 5.5) submetidas a um índice  $\eta/B_{iv}$  fixo de 12.

A correlação ajustada de perda de massa acumulada normalizada em função do índice  $\eta/B_{iv}$  ilustra elevado coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,98$ ), indicando possibilidade de previsão da resposta de durabilidade para distintas misturas de resíduo de minério de ferro e agentes cimentantes em diferentes ciclos de análise. Os parâmetros  $N$  e  $n$  são coincidentes aos verificados nas Figuras 5.23 e 5.24, enquanto o coeficiente  $M$  apresenta valor distintos dos demais obtidos. A Equação 5.22 destaca o exposto na Figura 5.26.

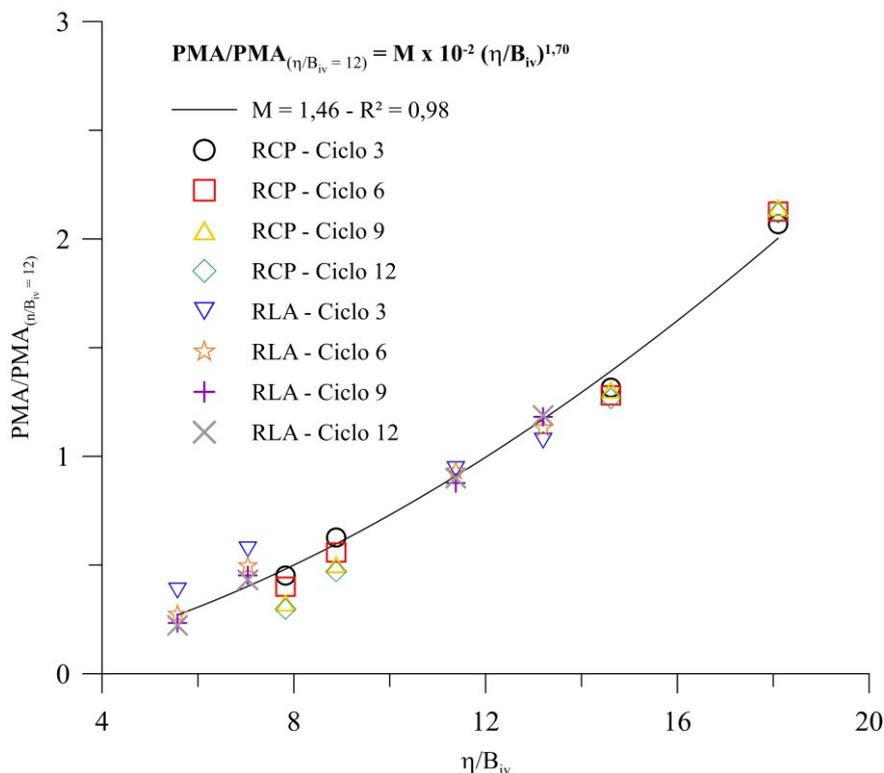


Figura 5.26 – Relação entre a perda de massa acumulada normalizada e o índice  $\eta/B_{iv}$

$$\frac{PMA}{PMA_{(\eta/B_{iv}=12)}} = 1,46 * 10^{-2} \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{1,70} \quad (5.22)$$

## 5.5 CORRELAÇÕES ENTRE PARÂMETROS MECÂNICOS

Diversos pesquisadores (BRUSCHI, 2020; MARTINATTO, 2021; CONSOLI *et al.*, 2021) destacam a possibilidade de estabelecer correlações entre parâmetros mecânicos (*e.g.*, resistência à compressão simples, resistência à tração na compressão diametral, módulo cisalhante inicial e perda de massa acumulada por ciclos de molhagem, secagem e escovação), com a finalidade de elaborar modelos matemáticos de previsão de comportamento. Tais correlações matemáticas podem auxiliar em etapas preliminares de estudos, facilitando a obtenção de informação inicial para desenvolvimento de projetos.

### 5.5.1 Correlação entre $q_u$ e $q_t$

Os ensaios mecânicos de resistência à compressão simples e tração na compressão diametral apresentam relativa facilidade de mistura, moldagem, execução e análise dos resultados obtidos, sendo amplamente correlacionados na literatura (CONSOLI, 2014; ODERJI *et al.*, 2019; CHINNAPPA & KARRA, 2020; MARTINATTO, 2021). Consoli *et al.* (2010, 2013) destacam que, para diferentes tipos de solo e agentes cimentantes, a razão entre resistência à tração na compressão diametral e resistência à compressão simples pode ser dada através de um coeficiente  $\zeta$ , com valores na faixa de 9 à 18%.

A Figura 5.27 ilustra os resultados de resistência à compressão simples e tração na compressão diametral para ambas misturas de resíduo de mineração e agentes aglomerantes.

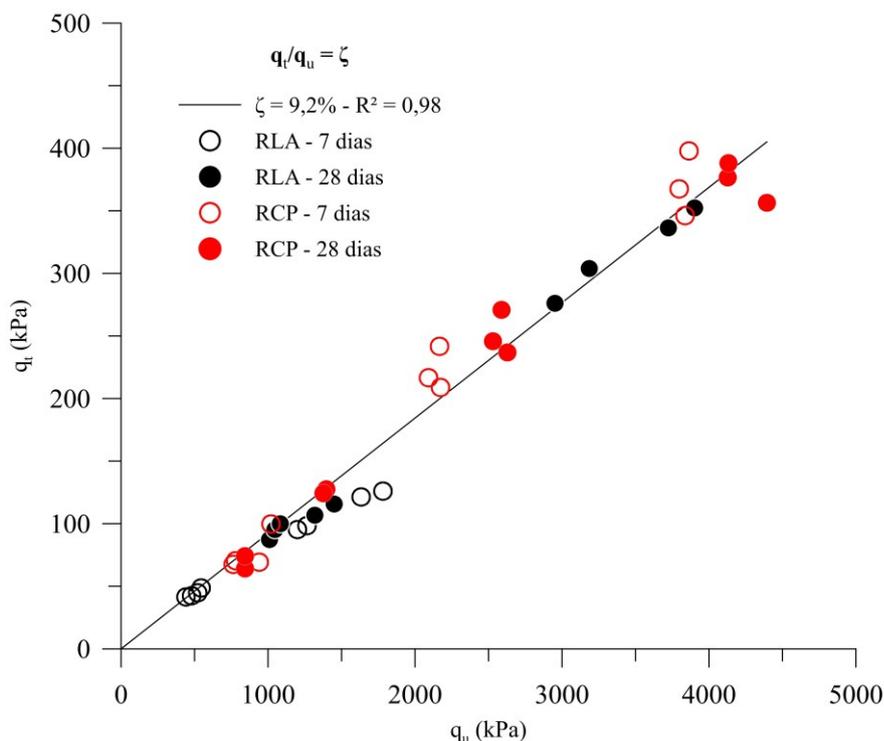


Figura 5.27 – Relação entre resistência à tração e resistência à compressão

O coeficiente  $\zeta$  de correlação entre os distintos ensaios mecânicos para ambas misturas de resíduo de mineração com agentes aglomerantes indica valor de 9,2%, estando este localizado na faixa de resultados comumente verificados, segundo Consoli *et al.* (2010, 2013). Destaca-se ainda, para o resíduo de minério de ferro utilizado na presente pesquisa, os distintos agentes aglomerantes (ligante álcali-ativado e cimento Portland) exibiram relação similar entre resistência à compressão diametral e compressão simples, podendo, no caso em estudo, definir um mesmo coeficiente de correlação para as diferentes misturas.

As Figuras 5.19 e 5.22 exibem as correlações entre as resistências à compressão simples e à tração na compressão diametral, respectivamente, com o índice  $\eta/B_{iv}$ , que, por sua vez, expuseram coeficientes de  $D$ ,  $E$  e  $n$  idênticos para ambos ensaios mecânicos, conforme ilustram as Equações 5.6 e 5.12, respectivamente. Neste contexto, a Figura 5.28 apresenta a correlação entre resistência mecânica normalizada e índice  $\eta/B_{iv}$ .

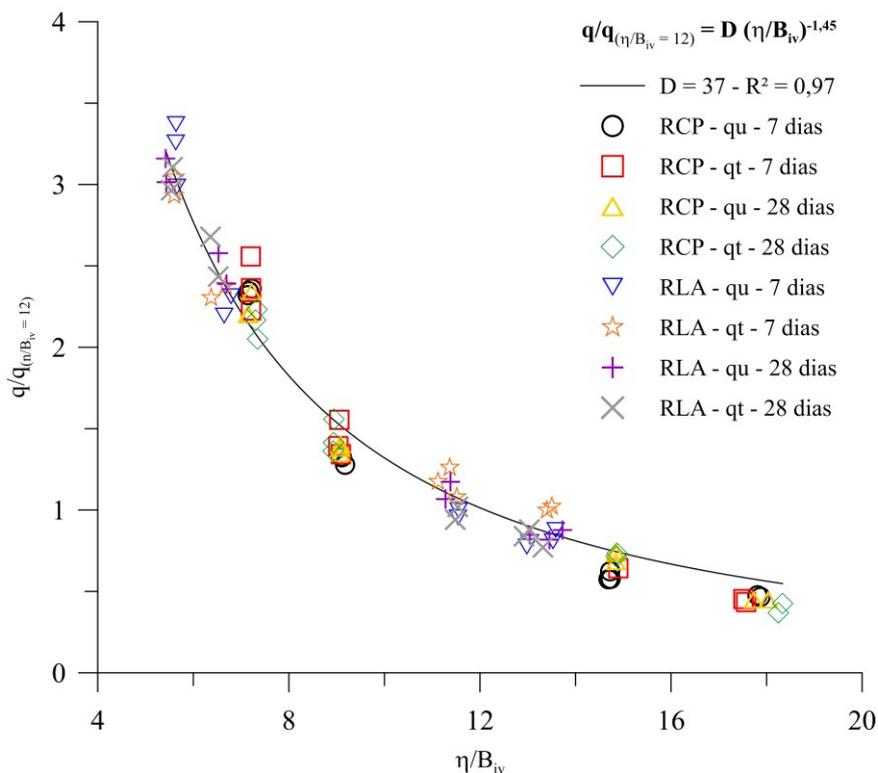


Figura 5.28 – Relação entre resistência mecânica normalizada e índice  $\eta/B_{iv}$

Com elevado coeficiente de determinação de 0,97, é possível obter um modelo matemático de previsão do comportamento mecânico de diversos ensaios de resistência (*i.e.*, resistência à compressão simples e resistência à tração na compressão diametral) para o resíduo de minério de ferro estabilizado com diferentes agentes aglomerantes, em distintos tempos de cura submetidos a uma normalização através de um índice  $\eta/B_{iv}$  fixo de valor 12. A Equação 5.23 ilustra o modelo de previsão descrito na Figura 5.28.

$$\frac{Q_{u\ ou\ t}}{Q_{u\ ou\ t}(\eta/B_{iv}=12)} = 37 \left( \frac{\eta}{B_{iv}} \right)^{-1,45} \quad (5.23)$$

É importante destacar que a Equação 5.23 representa uma correlação matemática com limites estabelecidos no intervalo das variáveis controláveis e variáveis respostas analisadas no estudo (*i.e.*, tempo de cura, porosidade, ensaios mecânicos de resistência à compressão simples e diametral, tipo e teor de agente aglomerante). Como resultante o índice  $\eta/B_{iv}$  avaliado é verificado na faixa de 5 e 18, podendo ou não, representar valores fora desta variação. Outro fator importante de ser expressado é o material geotécnico em estudo, sendo um resíduo de minério de ferro com tamanho de grãos análogos a uma areia siltosa não plástica convencional.

Consoli *et al.* (2013) verificaram parâmetros chave no comportamento mecânico de solo arenoso litorâneo (AO) estabilizado com distintos agentes cimentantes (cimentos Portland comum – CPI, pozolânico – CP-IV e de alta resistência inicial – CPV) em diferentes períodos de cura. Os autores observaram ótimas correlações da resistência à compressão simples medida com o índice  $\eta/C_{iv}$  de valores na faixa de 9 à 35, dispondo de altos coeficientes de determinação.

Tomasi (2018) avaliou a resposta mecânica, através de ensaios de resistência à compressão simples e diametral, de resíduo de mineração de ouro (RMO) estabilizado com cimento Portland de alta resistência inicial (CPV) e curado ao tempo de 7 dias. O autor utilizou distintas dosagens de agentes cimentante e correlacionou com êxito os resultados obtidos com o índice  $\eta/C_{iv}$  de valores na faixa de 10 à 23, obtendo ajustes de altos coeficientes de determinação para ambos ensaios mecânicos desenvolvidos.

Consoli *et al.* (2022) analisaram o comportamento mecânico, a partir de ensaios de resistência à compressão simples, de resíduo de minério de ferro melhorado com cimento Portland de alta resistência inicial com distintos tempos de cura, porosidades e teores de agente cimentante. Com base nos dados obtidos, os autores correlacionaram com sucesso a resistência à compressão simples em diferentes tempos de cura com o índice  $\eta/C_{iv}$  para valores na faixa de 12 à 75, verificando elevados coeficientes de determinação.

Neste contexto, com a finalidade de verificar o potencial ajuste de uma correlação entre resistência mecânica normalizada e o índice  $\eta/B_{iv}$  para distintos ensaios mecânicos (*i.e.*, resistência à compressão simples e compressão diametral), materiais geotécnicos, tempos de cura, porosidades, tipos e teores de agentes aglomerantes, objetivou-se normalizar os dados obtidos por Tomasi (2018) e Consoli *et al.* (2013, 2022) em relação as equações apresentadas pelos autores para o índice  $\eta/B_{iv}$  fixo 12 (*idem* Equações 5.6, 5.12 e 5.23). Os resultados normalizados são ilustrados na Figura 5.29, conjuntamente com os dados adquiridos no presente trabalho, explicitados nas Figuras 5.19, 5.22 e 5.28.

A Figura 5.29 destaca a alta correlação existente entre a resistência mecânica normalizada e o índice  $\eta/B_{iv}$  para uma faixa ampla de valores entre 5 e 75. Tal condição permite considerar a previsão do comportamento mecânico de materiais geotécnicos granulares estabilizados com diferentes tipos e teores de agentes cimentantes, em distintos tempos de cura e diversas condições de porosidade. Desta forma, as Equações 5.6, 5.12 e 5.23 podem ser utilizadas para avaliar a resposta mecânica normalizada em função do índice  $\eta/B_{iv}$ .

De modo similar ao desenvolvido no presente estudo, Consoli *et al.* (2016) desenvolveram uma equação normalizada geral para materiais geotécnicos convencionais (*i.e.*, solos argilosos, silto argilosos) e não convencionais (*i.e.*, cinza volante, resíduo de mineração de ouro) estabilizados com cimento Portland de alta resistência inicial, porém utilizando índice  $\eta/C_{iv}^n$  ajustado para o coeficiente  $n$  de 0,28. Os autores obtiveram uma correlação de alto coeficiente de determinação.

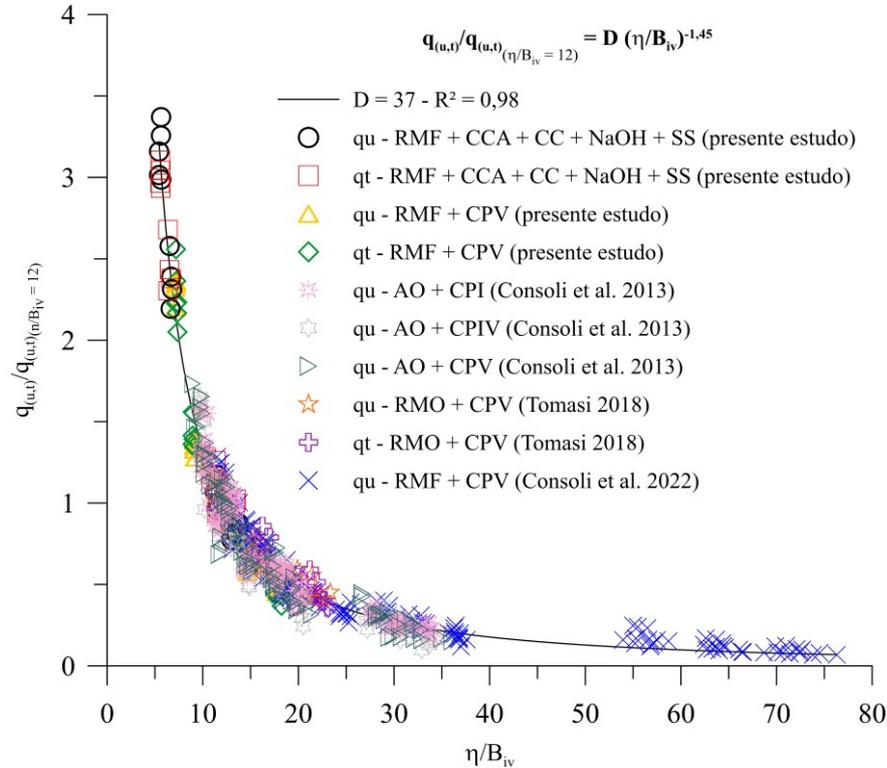


Figura 5.29 – Relação entre resistência mecânica normalizada e índice  $\eta/B_{iv}$  para distintas variáveis

O presente estudo e outros trabalhos da literatura (CONSOLI *et al.*, 2016, 2021) indicam o potencial de previsão de comportamento mecânico a partir de equações de normalização em distintas condições de moldagem e cura, tipo de ruptura e diferentes materiais geotécnicos. Entretanto, é necessário destacar que existem diversas curvas de previsão com outros valores de fixação do índice  $\eta/B_{iv}^n$ , podendo o coeficiente  $n$  ter valor unitário ou não. Neste contexto, é importante ressaltar que tais modelos auxiliam na previsão do comportamento, sendo seu uso indicado para etapas preliminares de dimensionamentos geotécnicos.

### 5.5.2 Correlação entre $q_u$ e PMA

Para ambos parâmetros mecânicos de resistência à compressão simples e perda de massa acumulada verifica-se o índice  $\eta/B_{iv}$  com coeficiente de ajuste  $n$  unitário. Neste cenário, destaca-se atenção para a possibilidade de correlacionar os parâmetros mecânicos, de modo a obter uma correspondência entre estes e auxiliar na elaboração de etapas de estudos preliminares de projetos geotécnicos, conforme indica a Equação 5.24.

$$\text{PMA (\%)} = G (q_u)^H \quad (5.24)$$

A Figura 5.30 apresenta a correlação entre perda de massa acumulada aos 12 ciclos e resistência à compressão simples (em unidade de medida de quilo Pascal – kPa) para misturas de resíduo de minério de ferro estabilizadas com ligante álcali-ativado e cimento Portland. Os dados analisados exibem tempo de cura comum de 7 dias.

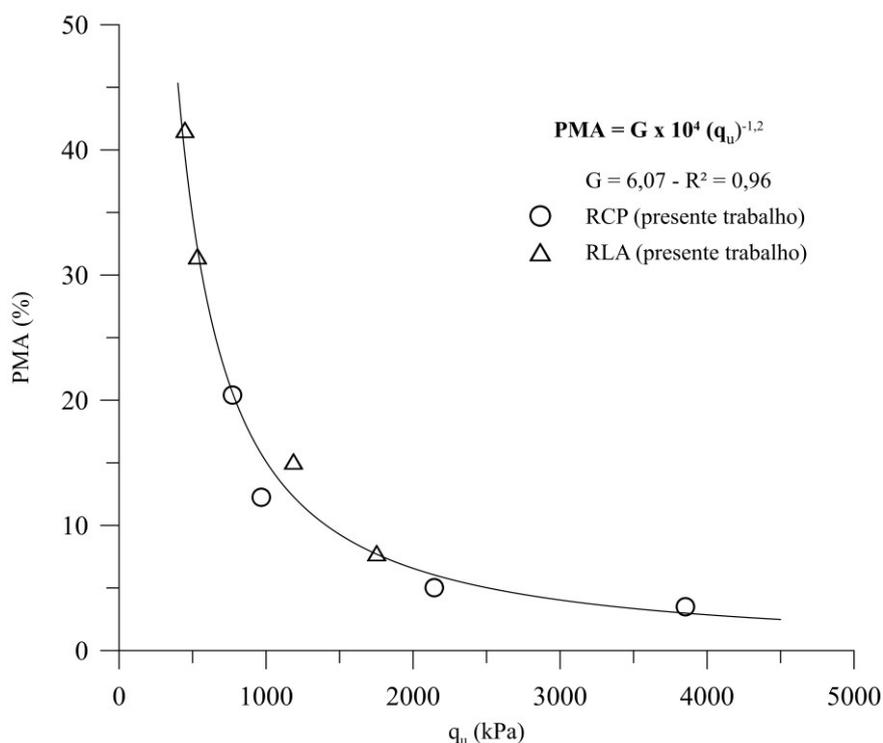


Figura 5.30 – Relação entre perda de massa acumulada e resistência à compressão simples

O resultado da análise de correlação dos parâmetros mecânicos supracitados indica um elevado coeficiente de determinação, podendo ser verificada a viabilidade de previsão de perda de massa acumulada aos 12 ciclos a partir de ensaios de resistência à compressão simples, com valores  $6,07 \times 10^4$  e  $-1,2$  para os coeficientes  $G$  e  $H$ , respectivamente. Cabe destacar que, a correlação tem como limite o tipo de material geotécnico em estudo (RMF) e os distintos agentes cimentantes (LA e CP).

## 6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 6.1 CONCLUSÕES

O presente trabalho tem como finalidade verificar a viabilidade de aplicação de agentes aglomerantes (tradicional e alternativo) para técnica de estabilização físico-química de material geotécnico não convencional, neste caso, um resíduo de minério de ferro. Os resultados obtidos permitem compreender o comportamento mecânico das misturas artificialmente cimentadas sob condições de compressão simples, tração na compressão diametral e durabilidade por aplicação de ciclos de molhagem, secagem e escovação. De modo comparativo, tais condições de aplicação do ligante alternativo (*i.e.*, CCA + CC + SH + SS) são empregadas de forma igual para um agente cimentante convencional (*i.e.*, CP).

Ao término do presente estudo é possível estabelecer as seguintes conclusões:

- a) O resíduo de minério de ferro empregado apresenta características similares ao verificado por diversos autores na literatura. É interessante destacar o alto teor de ferro presente no material, chamando a atenção para a possibilidade de reaplicação de beneficiamento deste futuramente, não devendo então atribuir o nome de rejeito, devido o potencial de reciclagem observado;
- b) A cinza de casca de arroz e a cal de carbureto, embora sejam tratados comumente como resíduos, têm propriedades físicas, químicas e mineralógicas similares aquelas relatadas por diferentes autores. O conhecimento acerca das características destes materiais é de fundamental importância para definir sua possibilidade de uso;
- c) No estudo de dosagem do ligante álcali-ativado pode-se concluir que, para as condições empregadas através das variáveis fixas, as variáveis controláveis de teor em massa de cal por precursor (CC/PR) e de teor de massa de óxidos de sódio por precursor (%Na<sub>2</sub>O), bem como, sua interação (CC/PR-%Na<sub>2</sub>O) desempenham elevada significância na resposta mecânica à compressão simples.

- d) A variável controlável de módulo de sílica (Ms), bem como suas interações de segunda (CC/PR–Ms e %Na<sub>2</sub>O–Ms) e terceira ordem (CC/PR–%Na<sub>2</sub>O–Ms), para as condições impostas a partir das variáveis fixas, não apresentam significância estatística na resistência mecânica. Tal resultado contrapõe a vasta experiência relatada na literatura, tendo como possível causa a diminuição do efeito do silicato de sódio em razão da elevada disponibilidade de óxidos de sódio da cinza de casca de arroz, sendo necessário a adoção de tempos de cura maiores (*e.g.*, 28 dias) e/ou condições de temperatura de cura mais elevados (*e.g.*, 40 ou 60°C);
- e) A resistência à compressão simples do ligante álcali-ativado submetido a diferentes dosagens apresentou resultados na faixa de 1 à 13 MPa, evidenciando a importância de análise das variáveis controláveis na variável resposta;
- f) Com base no processo de otimização obtido através da metodologia de superfície de resposta, tem-se que o ligante álcali-ativado que maximiza o comportamento mecânico é composto por: (i) CC/PR de 25%; (ii) %Na<sub>2</sub>O de 4%; e (iii) Ms de 1. De acordo com o modelo estatístico, a resistência à compressão simples do ligante álcali-ativado atinge um valor de 13,1 MPa;
- g) O ligante álcali-ativado ideal necessita de teor água/aglomerante de 0,53 para atingir a consistência normal. Em relação aos tempos de pega inicial e final, verificaram-se valores de 45 e 75 minutos, respectivamente. Tais resultados obtidos contrastam com valores usuais observados para cimentos Portland;
- h) Para resistência à compressão simples e resistência à tração na compressão diametral, o resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado destaca elevada relação com a alteração das variáveis controláveis. Em ordem de magnitude estatística, verificam-se o teor de agente aglomerante (B), o tempo de cura (T), a interação de segunda ordem destas variáveis (B–T), o peso específico aparente seco ( $\gamma_d$ ), as interações de segunda ordem desta última com as duas primeiras variáveis ( $\gamma_{d-B}$  e  $\gamma_{d-T}$ ) e interação de terceira ordem do conjunto ( $\gamma_{d-B-T}$ );

- i) Para os mesmos ensaios mecânicos supracitados, o resíduo de minério de ferro com cimento Portland verifica alta correlação com a alteração das variáveis controláveis. Em ordem de grandeza, constata-se o teor de agente aglomerante (B), o peso específico aparente seco ( $\gamma_d$ ), a interação de segunda ordem destas variáveis ( $\gamma_d$ -B), o tempo de cura (T), a interação de terceira ordem ( $\gamma_d$ -B-T), as interações de segunda ordem do tempo de cura com as duas primeiras variáveis (T-B e T- $\gamma_d$ ). Em relação ao tempo de cura e suas interações de segunda e terceira reitera-se a menor significância estatística, sendo esta atribuída a característica do agente cimentante de desenvolver grande parte das reações químicas nas primeiras idades de cura;
- j) Para os ensaios de durabilidade por ciclos de molhagem, secagem e escovação, de modo análogo ao observado nos ensaios mecânicos de tração e compressão, percebe-se o efeito primário do teor de agente aglomerante, sendo seguido do peso específico aparente seco, em termos de ordem de grandeza. Tal condição é verificada de forma independente do agente aglomerante utilizando, tendo mesmo efeitos para ambas misturas de resíduo de mineração com ligante álcali-ativado e cimento Portland;
- k) De modo geral, para ensaios de resistência mecânica e durabilidade, a elevação no nível das variáveis controláveis imprime um aumento na magnitude das variáveis respostas. Maiores valores de peso específico aparente seco levam a menores porosidades e maiores superfícies de contato, aumentando a efetividade de cimentação e o intertravamento das partículas, corroborando na alteração do comportamento de resistência coesivo-friccional. O acréscimo no teor de agente cimentante e no tempo de cura indicam elevação na magnitude das reações químicas de cimentação;
- l) Os ensaios mecânicos desenvolvidos para as misturas de resíduo de mineração e agentes aglomerantes apresentaram elevada correlação matemática com o índice porosidade por teor volumétrico de agente aglomerante ( $\eta/B_{iv}$ ), através de uma função potencial. Para todos os modelos desenvolvidos foram observados elevados coeficientes de determinação, indicando a possibilidade de previsão da resistência e durabilidade;

- m) De forma similar ao identificado por outros autores na literatura, a redução na magnitude do índice  $\eta/B_{iv}$  resulta melhora nas propriedades geomecânicas de materiais geotécnicos artificialmente cimentados;
- n) De um modo geral, as misturas com resíduo de minério de ferro com ligante álcali-ativado exibiram desempenhos inferiores em comparação as misturas com cimento Portland, para os tempos de cura analisados. É importante destacar o efeito do tempo de cura nas reações químicas de cimentação, chamando atenção para a possibilidade de verificação de parâmetros mecânicos superiores para as misturas com ligante alternativo em relação ao agente cimentante convencional para tempos de cura superiores ao período de cura de 90 dias;
- o) A normalização dos resultados de resistência e durabilidade frente a um índice  $\eta/B_{iv}$  referência permitiu a obtenção de uma equação única, abrangendo diferentes agentes cimentantes e diversos tempos de cura;
- p) A expansão do processo de normalização dos dados de resistência à compressão e a tração em relação a outros materiais geotécnicos e agentes cimentantes possibilitou a obtenção de uma equação de previsão do comportamento de materiais geotécnicos granulares artificialmente cimentados;
- q) A razão entre resistência à tração na compressão diametral e resistência à compressão simples apresentou valores similares para ambos agentes aglomerantes utilizados. A correlação obtida apresentou um coeficiente comumente encontrado por diversos autores na literatura;
- r) A correlação entre resistência à compressão simples e perda de massa acumulada por ciclos de molhagem, secagem e escovação apresentou elevados coeficientes de determinação, podendo ser utilizado na previsão de comportamento de resíduo de mineração de ferro artificialmente cimentado.

## 6.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com a finalidade de colaborar com o conhecimento acerca do comportamento de resíduo de mineração *in natura* e estabilizado com agentes aglomerantes, o autor indica os seguintes tópicos para desenvolvimento de pesquisas futuras:

- a) Avaliação da resistência à compressão, a tração e durabilidade de resíduo de minério de ferro estabilizado com outros agentes aglomerantes;
- b) Análise do comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro com granulometrias finas frente a processos de estabilização com agentes cimentantes;
- c) Aplicação da análise de ciclo de vida (ACV) no ligante álcali-ativado desenvolvido na presente pesquisa, verificando aspectos econômicos, sociais e ambientais;
- d) Avaliação da classificação ambiental do resíduo de minério de ferro *in natura* e estabilizado com agentes aglomerantes, com a finalidade de observar a presença de metais pesados e o efeito de encapsulamento por cimentação;
- e) Análise do comportamento tensão-deformação do resíduo de minério de ferro *in natura* e artificialmente cimentado, com foco nos parâmetros de resistência ao cisalhamento pelo critério de ruptura de Mohr-Coulomb;
- f) Aferição do comportamento tensão-deformação do resíduo de minério de ferro *in natura* e com adição de agentes aglomerantes sob aplicação de altas tensões de confinamento;
- g) Verificação do comportamento tensão-deformação do resíduo de minério de ferro *in natura* e artificialmente cimentado com aplicação de carregamentos cíclicos a partir de ensaios *simple shear*;
- h) Verificação do comportamento tensão-deformação de resíduo de minério de ferro *in natura* e estabilizado com agentes aglomerantes com rotação do eixo de tensões a partir de ensaios *hollow cylinder torsional*.

## REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO. **Anuário Mineral Brasileiro: Principais substâncias metálicas**. 30 p. Brasília, 2020.

AÏTCIN, P. C. *Binders for durable and sustainable concrete. Modern concrete technology 16*. Nova Iorque, EUA: Taylor and Francis Inc., 2008.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. *Committee 230. Report on soil cement*. 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **D559**: *Standard test methods for wetting and drying compacted soil-cement mixtures*. 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **D3282**: *Standard practice for classification of soils and soil-aggregate mixtures for Highway construction purposes*. 2015.

ÂNGULO, S. C. *et al.* Desenvolvimento sustentável e a reciclagem de resíduos na construção civil. **Anais...** São Paulo: IBRACON, 2001.

ARAÚJO, C. B. **Contribuição ao estudo do comportamento de barragens de rejeito de mineração de ferro**. 2006. 143 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRJ, Rio de Janeiro.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502**: Rochas e solos - Terminologia. 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6458**: Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8mm – Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459**: Solo – Determinação do limite de liquidez. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7180**: Solo – Determinação do limite de plasticidade. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181**: Solo – Análise granulométrica. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7182**: Solo – Ensaio de compactação. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7222**: Concreto e argamassa – Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11798**: Materiais para base de solo-cimento – Requisitos. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12023**: Solo-cimento – Ensaio de compactação. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12024**: Solo-cimento – Moldagem e cura de corpos de prova cilíndricos. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12025**: Solo-cimento – Ensaio de compressão simples de corpos de prova cilíndricos – Método de ensaio. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12253**: Solo-cimento – Dosagem para emprego como camada de pavimento. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12254**: Solo-cimento – Execução de base de solo-cimento - Procedimento. 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13554**: Solo-cimento – Ensaio de durabilidade por molhagem e secagem – Método de ensaio. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16605**: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16606**: Cimento Portland – Determinação da pasta de consistência normal. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16607**: Cimento Portland – Determinação dos tempos de pega. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. 2018.

BAKHAREV, T. *et al.* (2000). *Effect of admixtures on properties of alkali-activated slag concrete*. *Cement and Concrete Research*, v. 30, p. 1367-1374. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00349-5](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00349-5)

BARATA, T. S. **Caracterização do consumo de arroz no Brasil: um estudo na região metropolitana de Porto Alegre**. 2005. 187 p. Dissertação (Mestrado em Agronegócios), UFRGS, Porto Alegre/RS.

BASTOS, L. A. C. *et al.* (2016). **Using iron ore tailings from tailing dams as road material**. *Journal Of Materials in Civil Engineering (ASCE)*, v. 28, n. 10. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001613](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001613)

BEDIN, J. **Estudo do comportamento geomecânico de resíduos de mineração**. 2010. 207 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

BEHAK, L. **Estabilização de um solo sedimentar arenoso do Uruguai com cinza de casca de arroz e cal**. 2007. 171 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

BEHAK, L.; MUSSO, M. (2016). **Performance of Low-Volume Roads with Wearing Course of Silty Sand Modified with Rice Husk Ash and Lime**. *Transportation Research Procedia (Elsevier BV)*, v. 18, p. 93-99. <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2016.12.013>

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**. 2017. 158 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRJ, Rio de Janeiro.

BRASIL. **Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010**. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos. Diário Oficial da União: Brasília, DF. 2010.

BRASIL. **Relatório da análise computacional da Barragem I da Mina do Córrego do Feijão, Brumadinho**. Brasília, DF. 2021. Disponível em: <https://www.conjur.com.br/dl/relatorio-brumadinho.pdf> (Acesso em 23/02/2022).

BRUSCHI, 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**. 2020. 184 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

BUCHWALD, A. *et al.* (2013). **Purdocement: application of alkali-activated slag cement in belgium in the 1950s**. *Materials and Structures (Springer Science and Business Media LLC)*, v. 48, p. 501-511. <https://doi.org/10.1617/s11527-013-0200-8>

BUYONDO, K. A. *et al.* (2020). **Optimization of production parameters for rice husk ash-based geopolymer cement using response surface methodology**. *Case Studies in Construction Materials (Elsevier BV)*, v. 13, n. 1. <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00461>

CABALLERO, R. D. **Desenvolvimento de uma metodologia de projeto de fundações superficiais circulares assentes sobre camada de solo-cimento.** 2019. 200 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

CARNEIRO, A.; FOURIE, A. B. (2018). *A conceptual cost comparison of alternative tailings disposal strategies in Western Australia.* In: RJ Jewell & AB Fourie (eds), *Proceedings of the 21st International Seminar on Paste and Thickened Tailings, Australian Centre for Geomechanics, Perth, 2018.* **Anais...** p. 439-454.

CHAVES, A. P. *et al.* **Tratamento de minérios: Flotação.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

CHINNAPPA, G. B.; KARRA, R. C. (2020). *Experimental and statistical evaluations of strength properties of concrete with iron ore tailings as fine aggregate.* *Journal Of Hazardous, Toxic, And Radioactive Waste (ASCE)*, v. 24, n. 1. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)hz.2153-5515.0000480](https://doi.org/10.1061/(ASCE)hz.2153-5515.0000480)

CONCEIÇÃO, M. M. M. *et al.* (2020) **Crescimento populacional e geração de resíduos sólidos: o caso da região norte.** *Brazilian Journal Of Development*, v. 6, n. 2, p. 7936-7947. <https://doi.org/10.34117/bjdv6n2-195>

CONSOLI, N. C. (2014). *A method proposed for the assessment of failure envelopes of cemented sandy soils.* *Engineering Geology (Elsevier BV)*, v. 169, p. 61-68. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2013.11.016>

CONSOLI, N. C. *et al.* (2010). *Parameters controlling tensile and compressive strength of artificially cemented sand.* *Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering (ASCE)*, v. 136, n. 5, p. 759-763. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)gt.1943-5606.0000278](https://doi.org/10.1061/(ASCE)gt.1943-5606.0000278)

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.* (2016). *A unique relationship determining strength of silty/clayey soils – Portland cement mixes.* *Soils And Foundations (Elsevier BV)*, v. 56, n. 6, p. 1082-1088. <https://doi.org/10.1016/j.sandf.2016.11.011>

CONSOLI, N. C. *et al.* (2017). *Durability and strength of fiber-reinforced compacted gold tailings-cement blends.* *Geotextiles And Geomembranes (Elsevier BV)*, v. 45, n. 2, p. 98-102. <http://dx.doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.01.001>

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.* (2020). **Durability evaluation of reclaimed asphalt pavement, ground glass and carbide lime blends based on unconfined compression tests.** *Transportation Geotechnics (Elsevier BV)*, v. 27. <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2020.100461>

CONSOLI, N. C. *et al.* (2021). **Durability evaluation of reclaimed asphalt pavement, ground glass and carbide lime blends based on unconfined compression tests.** *Transportation Geotechnics (Elsevier BV)*, v. 27. <http://doi.org/10.1016/j.trgeo.2020.100461>

CONSOLI, N. C. *et al.* (2022). **Behaviour of compacted filtered iron ore tailings–Portland cement blends: New brazilian trend for tailings disposal by stacking.** *Applied Sciences (MDPI)*, v. 12. <https://doi.org/10.3390/app12020836>

CORRÊA-SILVA, M. *et al.* (2020). **Geomechanical behaviour of a soft soil stabilised with alkali-activated blast-furnace slags.** *Journal of Cleaner Production (Elsevier BV)*, v. 267, p. 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.122017>

CORRÊA, B. R. S. *et al.* (2021). **Compacted ground glass particles–carbide lime blends: An environment friendly material.** *Geotechnical And Geological Engineering (Springer Science and Business Media LLC)*, v. 39, n. 4, p. 3207-3219. <https://doi.org/10.1007/s10706-021-01689-z>

CORREIA, E. *et al.* (2019). **Statistical study of curing conditions in alkali activation of mine tailings.** *Environmental Geotechnics (Thomas Telford Ltd.)*, p. 1-13. <https://doi.org/10.1680/jenge.18.00013>

CORREIA, J. C. G.; COUTO, H. J. B. **Tratamento de minérios: Classificação e peneiramento.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

CRISTELO, N. *et al.* (2011). **Deep soft soil improvement by alkaline activation.** *Proceedings of the Institution of Civil Engineers (ICE Virtual Library)*, v. 164, p. 73-82. <https://doi.org/10.1680/grim.900032>

CRISTELO, N. *et al.* (2012). **Effect of calcium content on soil stabilization with alkaline activation.** *Construction and Building Materials*, v. 29, p. 167–174. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.10.049>

CRISTELO, N. *et al.* (2013). **Rheological properties of alkaline activated fly ash used in jet grouting applications.** *Construction and Building Materials (Elsevier BV)*, v. 48, p. 925–933. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.063>

DAVIDOVITS, J. (1979). **Synthesis of new high temperature geo-polymers for reinforced plastics/composites.** *Society of Plastic Engineers, Brookfield Center.* p. 151.

DAVIDOVITS, J. (1981) **Synthetic mineral polymer compound of the silicoaluminates family and preparation process.** US Patent, v. 4, p. 472.

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

DAVIES, M. *et al.* (2002). **Static liquefaction of tailings – Fundamentals and case histories.**

DELLA, V. P. *et al.* (2001). **Caracterização de cinza de casca de arroz para uso como matéria-prima na fabricação de refratários de sílica.** Química Nova, v. 24, n. 6, p. 778-782. <https://doi.org/10.1590/s0100-40422001000600013>

DETPHAN, S.; CHINDAPRASIRT, P. (2009). **Preparation of fly ash and rice husk ash geopolymer.** International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials (Elsevier BV), v. 16, p. 720-726. [https://doi.org/10.1016/S1674-4799\(10\)60019-2](https://doi.org/10.1016/S1674-4799(10)60019-2)

DIAMBRA, A. *et al.* (2017). **Theoretical derivation of artificially cemented granular soil strength.** Journal Of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering (ASCE), v. 143, n. 5. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)GT.1943-5606.0001646](https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0001646)

DIAS, J. J. F. M. S. **Tratamento de solos com cimento para obtenção de melhores características mecânicas.** 2012. 117 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Nova de Lisboa, Lisboa.

DUCHESNE, J.; DOYE, I. (2005). **Effectiveness of covers and liners made of red mud bauxite and/or cement kiln dust for limiting acid mine drainage.** Journal Of Environmental Engineering (ASCE), v. 131, n. 8, p. 1230-1235. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9372\(2005\)131:8\(1230\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9372(2005)131:8(1230))

DUXSON, P. *et al.* (2007). **Geopolymer technology: The current state of the art.** Journal of Materials Science, v. 42, n. 9, p. 2917–2933. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0637-z>

EL-DIADAMONY, H. *et al.* (2018). **Hydration and characteristics of metakaolin pozzolanic cement pastes.** HBRC Journal, v. 14, p. 150–158. <http://dx.doi.org/10.1016/j.hbrcj.2015.05.005>

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

ETIM, R.K. *et al.* (2017). **Stabilization of black cotton soil with lime and iron ore tailings admixture.** Transportation Geotechnics (Elsevier BV), v. 10, p. 85-95. <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2017.01.002>

- FERNÁNDEZ-IGLESIAS, A. *et al.* (2013). **Study of environmental feasibility of paste and thickened tailings by life-cycle assessment.** *Proceedings Of The 16Th International Seminar on Paste And Thickened Tailings*. Australian Centre for Geomechanics, Perth.  
[https://doi.org/10.36487/ACG\\_rep/1363\\_27\\_Fernandez-Iglesias](https://doi.org/10.36487/ACG_rep/1363_27_Fernandez-Iglesias)
- FERNANDEZ-JIMÉNEZ, A. **Cementos de escorias activadas alcalinamente: Influencia de las variables y modelización del proceso.** 2000. Tese. *Universidad Autónoma de Madrid*.
- FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. *et al.* (1999). **Alkali-activated slag mortars: Mechanical strength behaviour.** *Cement and Concrete Research*, v. 29, n. 8, p. 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. *et al.* (2006). **The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes.** *Microporous and Mesoporous Materials (Elsevier BV)*, v. 91, n. 1-3, p. 111-119. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2005.11.015>
- FESTUGATO, L. *et al.* (2018). **Modelling tensile/compressive strength ratio of fibre reinforced cemented soils.** *Geotextiles and Geomembranes (Elsevier BV)*, v. 46, n. 2, p. 155–165.  
<https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.11.003>
- FLATT, R. J. *et al.* (2012). **Concrete: An eco material that needs to be improved.** *Journal of the European Ceramic Society (Elsevier BV)*, v. 32, n. 11, p. 2787-2798.  
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2011.11.012>
- FLOSS, M. F. **Parâmetros de controle da resistência e rigidez de solos granulares artificialmente cimentados.** 2012. 193 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.
- FOPPA, D. **Análise de variáveis-chave no controle da resistência mecânica de solos artificialmente cimentados.** 2005. 146 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.
- FOPPA, D. **Novo método para cálculo da capacidade de carga de fundações superficiais assentes sobre camada de reforço em solo-cimento.** 2016. 238 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.
- FOURIE, A.B. *et al.* (2001). **Static liquefaction as a possible explanation for Merriespruit tailings dam failure.** *Canadian Geotechnical Journal*, v. 38, p. 707-719.  
<https://doi.org/10.1139/t00-112>
- FRANÇA, S. C. A.; MASSARANI, G. **Tratamento de minérios: Separação sólido-líquido.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

GLUKHOVSKY, V. D. (1959). *Soil silicates (in Russian)*. Gosstroyizdat Publish.

GOMES, M. A. **Caracterização tecnológica no aproveitamento do rejeito de minério de ferro**. 2009. 89 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto.

GOMES, R. C. (2004). **Caracterização tecnológica e sistemas de disposição de resíduos de mineração**. Publicação Técnica. UFOP, 185 p.

HORPIBULSUK, S. *et al.* (2013). **Strength development in silty clay stabilized with calcium carbide residue and fly ash**. *Soils And Foundations (Elsevier BV)*, v. 53, n. 4, p. 477-486.  
<https://doi.org/10.1016/j.sandf.2013.06.001>

HOUSTON, D. F. **Rice: Chemistry and technology**. American Association of Cereal Chemists, Inc., 1972.

HU, L. *et al.* (2017). **Geotechnical properties of mine tailings**. *Journal Of Materials in Civil Engineering (ASCE)*, v. 29, n. 2. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001736](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001736)

HUA, Y. *et al.* (2017). **The use of red mud as an immobiliser for metal/metalloid-contaminated soil: A review**. *Journal Of Hazardous Materials (Elsevier BV)*, v. 325, p. 17-30.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.11.073>

HWANG, C.; HUYNH, T. (2015). **Effect of alkali-activator and rice husk ash content on strength development of fly ash and residual rice husk ash-based geopolymers**. *Construction and Building Materials*, v. 101, p.1–9. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.025>

INTERNATIONAL COMMISSION ON LARGE DAMS. **Tailings dams: Risk of dangerous occurrences, lessons learnt from practical experiences**. Paris: ICOLD, 144 p. 2001.

INGLES, O. G.; METCALF, J. B. **Soil stabilization: Principles and practice**. Sydney: Butterworths, 1972. 374 p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO. **Gestão e manejo de rejeitos da mineração**. Brasília, 2016. 128 p.

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.

JEFFERIES, M. G.; BEEN, K. **Soil liquefaction – A critical state approach**. Taylor e Francis, 2006. 478 p.

- JIANG, N. *et al.* (2016). **Multi-scale laboratory evaluation of the physical, mechanical, and microstructural properties of soft highway subgrade soil stabilized with calcium carbide residue.** *Canadian Geotechnical Journal*, v. 53, n. 3, p. 373-383. <https://doi.org/10.1139/cgj-2015-0245>
- KIM, Y. Y. *et al.* (2014). **Strength and durability performance of alkali-activated rice husk ash geopolymer mortar.** *The Scientific World Journal*, v. 2014, p. 1-10. <https://doi.org/10.1155/2014/209584>
- KRIVENKO, P. (1994). **Proceedings of the first international conference on alkaline cements, concretes.** VIPOLO Stock Company, p. 11– 129, 1994.
- KRIVENKO, P. (2017). **Why alkaline activation - 60 years of the theory and practice of alkali-activated materials.** *Journal of Ceramic Science and Technology*, v. 8, n. 3, p. 323–333.
- KRIVENKO, P. **Synthesis of cementitious materials of the  $Me_2O$ - $MeO$ - $Me_2O_3$ - $SiO$ - $H_2O$  system with required properties.** 1986. Tese. Kiev, USSR.
- LAMBE, T. W.; WHITMAN, R. V. **Soil mechanics.** Wiley, 1969. 576 p.
- LE MOS, S. G. F. P. *et al.* (2020). **Field and laboratory investigation of highly organic clay stabilized with Portland cement.** *Journal of Materials in Civil Engineering (ASCE)*, v. 32, n. 4. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0003111](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003111)
- LI, W.; COOP, M. R. (2019). **Mechanical behaviour of Panzhihua iron tailings.** *Canadian Geotechnical Journal*, v. 56, n. 3, p. 420-435. <https://doi.org/10.1139/cgj-2018-0032>
- LIMA JÚNIOR, R. B.; PAIVA, C. F. E. (2018). **Aspectos geotécnicos fundamentais na avaliação da estabilidade de barragens de rejeitos: Estudo de caso da barragem de fundão em Mariana, MG.** 16º Congresso Brasileiro de Geologia de Engenharia e Ambiental.
- LINS, F. A. **Tratamento de minérios: Concentração gravítica.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018.
- LOTTERO, A. M. C. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de cerâmica vermelha e cal de carbureto.** 2020. 270 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.
- LUZ, A. B. *et al.* **Tratamento de minérios.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018a.
- LUZ, A. B. *et al.* **Tratamento de minérios: Britagem e moagem.** Rio de Janeiro: CETEM, 2018b.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Tratamento de minérios: Introdução ao tratamento de minérios**. Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

MAKUSA, G. P. *Soil stabilization methods and materials in engineering practice: State of the art review*. 2002. 38 p.

MALLMANN, J. E. C. **Estabilização pozolânica de cinzas volante e pesada com cal dolomítica hidratada e areia, curadas pelos processos de autoclavagem e câmara à temperatura constante**. 1996. 164 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGECC, UFRGS, Porto Alegre.

MARKET RESEARCH STORE. *Acetylene gas market for Chemical production, welding & cutting and other applications: global industry perspective, comprehensive analysis and forecast, 2014–2020*. Market Research Store Rep., Deerfield Beach, FL, 110. 2015.

MARTINATTO, C. S. **Comportamento de um solo arenoso estabilizado com alcali ativação visando a pavimentação**. 2021. 180 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGECC, UFRGS, Porto Alegre.

MCLEOD, H.; A. BJELKEVIK. *Tailings Dam Design: Technology Update (ICOLD Bulletin)*. In: *Proceedings of the 85th Annual Meeting of International Commission on Large Dams*, 2017. Prague, Czech Republic: Czech National Committee on Large Dams.

MINE ENVIRONMENT NEUTRAL DRAINAGE. *Study of tailings management technologies*. 2017. 164 p.

MIRANDA, T. *et al.* (2020). *Application of alkali-activated industrial wastes for the stabilisation of a full-scale (sub)base layer*. *Journal of Cleaner Production*, v. 242. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118427>

MOH, Z. C. *Reactions of Soil Minerals with Cement and Chemicals*. *Highway Research Record*, Washington, O. C. 6a: 39-61, 1965.

MONCALEANO, C. J. A. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de vidro e cal de casca de ovo**. 2021. 202 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGECC, UFRGS, Porto Alegre.

MORGENSTERN, N. R. *Geotechnics and mine waste management – update*. *Seminar Proceedings, Safe Tailings Dam Constructions*, Sweden. 2001.

MORGENSTERN, N. R. *et al.* (2016). *Fundão tailings dam review panel. Report on the immediate causes of the failure of the Fundão Dam*. Disponível em: <http://fundaoinvestigation.com/wp-content/uploads/general/PR/en/FinalReport.pdf>

NASCIMENTO, G. C. *et al.* (2015). **Caracterização físico-química da cinza de casca de arroz oriunda do processo termelétrico do sul de Santa Catarina - Brasil.** *Ciência e Natura*, v. 37, n. 3, p. 634–640. <https://doi.org/10.5902/2179460X15262>

NEVES, E. M. **Mecânica dos estados críticos: Solos saturados e não saturados.** IST Press, 2016. 528 p.

NEVES, E. M.; CALDEIRA, L. **As equações constitutivas na modelação geotécnica.** IST Press, 2018. 385 p.

NIERWINSKI, H. P. **Potencial de liquefação de resíduos de mineração estimado através de ensaios de campo.** 2013. 154 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

NIERWINSKI, H. P. **Caracterização e comportamento geomecânico de rejeitos de mineração.** 2019. 231 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

NORMA REGULADORA DE MINERAÇÃO 18. **Beneficiamento.** Brasília, 2001.

NUAKLONG, P. *et al.* (2019). ***Influence of rice husk ash on mechanical properties and fire resistance of recycled aggregate high-calcium fly ash geopolymer concrete.*** *Journal of Cleaner Production (Elsevier BV)*, v. 252. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119797>

NÚÑEZ, W. P. **Estabilização físico-química de um solo residual de arenito Botucatu, visando seu emprego na pavimentação.** 1991. 171 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

ODERJI, S. Y. *et al.* (2019). ***Influence of superplasticizers and retarders on the workability and strength of one-part alkali-activated fly ash/slag binders cured at room temperature.*** *Construction and Building Materials*, v. 229. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116891>

PACHECO-TORGAL, F. *et al.* ***Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes.*** v. 3. 2014.

PALOMO, A. *et al.* (1999). ***Alkali-activated fly ashes.*** *Cement and Concrete Research*, v. 29, n. 8, p. 1323–1329. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00243-9](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00243-9)

PALOMO, A. *et al.* (2014). ***A review on alkaline activation: new analytical perspectives.*** *Materiales de Construcción (CSIC)*, v. 64, n. 315, p. 1-2. <https://doi.org/10.3989/mc.2014.00314>

PARRA, P. C.; LASMAR, N.T. Ruptura da barragem de rejeito da Mina de Fernandinho. In: Simpósio sobre Barragens de Rejeitos e Disposição de Resíduos Industriais e de Mineração, REGEO. 1987, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro, 1987. v. 1, p. 423-444.

PEREIRA, E. L. **Estudo do potencial de liquefação de rejeitos de minério de ferro sob carregamento estático.** 2005. 210 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFOP, Ouro Preto.

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

PINTO, C. S. **Curso básico de mecânica dos solos.** 3ª ed. São Paulo: Oficina de Textos, 2006.

PINTO, S. **Estabilização de areia com adição de cal e cinza volante.** 1971. 153 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRJ, Rio de Janeiro.

PORTLAND CEMENT ASSOCIATION. **Soil-Cement Laboratory Handbook.** 1992.

POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico.** 2006. 345 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

PROVIS, J. L. **Modelling the formation of Geopolymers.** 2006.

PROVIS, J.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymers: structure, processing, properties and industrial applications.** Woodhead Publishing Limited, Cambridge. 2009.

REZENDE, V. A. **Estudo do comportamento de barragem de rejeito arenoso alteada por montante.** 2013. 181 p. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) – Programa de Pós-Graduação em Geotecnia, UFOP, Ouro Preto.

RIOS, S. *et al.* (2013). **Influence of grain size and mineralogy on the porosity/cement ratio.** *Geotechnique Letters (Thomas Telford Ltd)*, v. 3, n. 3, p. 130-136.  
<https://doi.org/10.1680/geolett.13.00003>

RIOS, S. *et al.* (2016). **Structural performance of alkali-activated soil ash versus soil cement.** *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 28, n. 2, p. 1–30.  
[https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0001398](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001398)

ROBERTSON, P. K. *et al.* **Report of the expert panel on the technical causes of the failure of Feijão Dam I. Expert Panel Technical Report.** 2019. <http://www.b1technicalinvestigation.com/>

ROJAS, J. W. J. **Estudo da resistência, condutividade hidráulica e lixiviação de um solo argiloso cimentado e contaminado**. 2012. 219 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

ROTTA, L. H. S. *et al.* (2020). ***The 2019 Brumadinho tailings dam collapse: possible cause and impacts of the worst human and environmental disaster in Brazil***. *International Journal of Applied Earth Observation and Geoinformation (Elsevier BV)*, v. 90, p. 102-119. <https://doi.org/10.1016/j.jag.2020.102119>

RUVER, C. A. *et al.* (2013). Viabilidade técnico-econômica da areia eólica estabilizada com agentes aglomerantes para emprego em pavimentação. *Teoria e Prática na Engenharia Civil (Online)*, v. 13, p. 13-24.

SALDANHA, R. B. *et al.* (2016) ***Salts accelerating strength increase of coal fly ash-carbide lime compacted blends***. *Géotechnique Letters (Thomas Telford Ltd)*, v. 6, n. 1, p. 23-27. <https://doi.org/10.1680/jgele.15.00111>

SALDANHA, R. B. *et al.* (2018). ***Physical-mineralogical-chemical characterization of carbide lime: An environment-friendly chemical additive for soil stabilization***. *Journal Of Materials in Civil Engineering (ASCE)*, v. 30, n. 6. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002283](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002283)

SALONI *et al.* (2020). ***Enhanced properties of high-silica rice husk ash-based geopolymer paste by incorporating basalt fibers***. *Construction And Building Materials (Elsevier BV)*, v. 245. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118422>

SAMPAIO, J. A. *et al.* **Tratamento de minérios: Separação magnética e eletroestática**. Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

SAMPAIO, J. A.; DELBONI JÚNIOR, H. **Tratamento de minérios: Cominuição**. Rio de Janeiro: CETEM, 2018.

SANTOS, A. S. *et al.* (2019). **Resíduos da construção civil: Conceitos, histórico e gerenciamento**. *Organizações e Sociedades*, v. 8, n. 10. <https://doi.org/10.29031/ros.v8i10.466>

SARGENT, P. *et al.* (2013). ***The use of alkali activated waste binders in enhancing the mechanical properties and durability of soft alluvial soils***. *Engineering Geology (Elsevier BV)*, v. 152, n. 1, p. 96–108. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2012.10.013>

SENF, D. *et al.* (2011). Comparison of particle size distributions obtained by laser diffraction and sieve-hydrometer methods for oil sand tailings. In: Pan-Am CGS Geotechnical Conference, Toronto, Canadá. **Anais...** Toronto, Canadá: Canadian Geotechnical Society.

SERVI, S. P. *et al.* (2019a). Areia litorânea estabilizada com cinzas e cal para emprego em pavimentação. In: X Seminário de Engenharia Geotécnica do Rio Grande do Sul – GEORS2019, Santa Maria/RS. **Anais...** ABMS. v. 1, p. 1-8.

SERVI, S. P. *et al.* (2019b) Análise do teor de sílica em cinzas de casca de arroz visando seu uso em Engenharia Civil. In: 18ª Mostra de Produção Universitária –MPU, Rio Grande/RS. **Anais...** 18ª Mostra de Produção Universitária – MPU. v. 1, p. 1-3.

SHI, C. *et al.* **Alkali-activated cements and concretes**. New York: Taylor & Francis, 2006.

SOCIEDADE SUL-BRASILEIRA DE ARROZ IRRIGADO (2018). Recomendações Técnicas da Pesquisa para o Sul do Brasil. XXXI Reunião Técnica da Cultura de Arroz Irrigado. **Anais...** Bento Gonçalves/RS, 200p. 2018.

SOFI, M. *et al.* (2007). **Engineering properties of inorganic polymer concretes (IPCs)**. *Cement and Concrete Research (Elsevier BV)*, v. 37, n. 2, p. 251–257.  
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2006.10.008>

SOSNOSKI, J. **Interpretação de ensaios de CPTu e DMT em solos com permeabilidade intermediária**. 2016. 137 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

SOUZA, I. **Concentração mineral**. Escola Estadual de Educação Profissional. 2013.

TAWIL, M. R. **Engineering properties of iron mine slimes for tailings dam stability**. 1997. 281 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – MIT.

TARAZONA, C. F. **Estudo da alteração em laboratório de rejeitos de mineração de ferro para análise em longo prazo**. 2015. 247 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRJ, Rio de Janeiro.

TOMASI, L. F. **Comportamento mecânico de resíduo de mineração estabilizado com cimento**. 2018. 151 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – PPGEC, UFRGS, Porto Alegre.

TSUCHIDA, H. (1970). **Prediction and Counter Measure against the Liquefaction in Sands Deposits**. *Abstract of the Seminar in the Port and Harbor Research Institute, Ministry of Transport*, p. 3.1 - 3.33.

ULLAS, S. N. *et al.* (2010). **Characteristics of masonry units from iron ore tailings**. In: *International Conference on Sustainable Built Environment*. 7 p.

U. S. ARMY CORPS OF ENGINEERS. **Design and Construction of Levees**. 2000.

U. S. GEOLOGICAL SURVEY. *Mineral commodity summaries*. 2021.

VERVLOET, R. J. H. M. **A geomorfologia da região de rompimento da barragem da Samarco - Da originalidade da paisagem à paisagem da mineração**. In: MILANEZ, B.; LOSEKANN, C. (Org.). *Desastre no Vale do Rio Doce: Antecedentes, impactos e ações sobre a destruição*. Belo Horizonte: Folio Digital - Letra e Imagem, 2016. 31 p.

VIANA DA FONSECA, A. *et al.* (2009). **Strength properties of sandy soil–cement admixtures**. *Geotechnical and Geological Engineering (Science and Business Media LLC)*, v. 27, n. 6, p. 681-686. <https://doi.org/10.1007/s10706-009-9267-y>

VICK, S.G. *Planning, design and analysis of tailings dams*. John Wiley & Sons, Inc., 1983.

WANG, S. *et al.* (1994). **Factors affecting the strength of alkali-activated slag**. *Cement and Concrete Research*, v. 24, n. 6, p. 1033–1043. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(94\)90026-4](https://doi.org/10.1016/0008-8846(94)90026-4)

WINTERKORN, H. F.; PAMUKCU, S. **Soil stabilization and grouting**. In: Fang HY (ed) *Chapter 9 in foundation engineering handbook*. 2ª ed., Springer, Berlin, XVIII. 1991.

WILLS, B. A.; NAPIER-MUNN, T. J. **Wills' mineral processing technology: An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery**. Butterworth-Heinemann, 2006.

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

WORLD INFORMATION SERVICE ON ENERGY. Uranium Project. 2021. Disponível em: <http://www.wise-uranium.org/mdaf.html> (acesso em 15/03/2021)

XU, H; VAN DEVENTER, J. (2000) **The geopolymerisation of alumino-silicate minerals**. *International Journal of Mineral Processing (Elsevier BV)*, v. 59, p. 247–266. [https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(99\)00074-5](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(99)00074-5)

XU, J. Z. *et al.* (2006). **Study on the factors of affecting the immobilization of heavy metals in fly ash-based geopolymers**. *Materials Letters*, v. 60, n. 6, p. 820–822. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.10.019>

ZHANG, J. *et al.* (2008). **Geopolymers for immobilization of Cr<sup>6+</sup>, Cd<sup>2+</sup>, and Pb<sup>2+</sup>**. *Journal of Hazardous Materials*, v. 157, n. 2–3, p. 587–598. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.01.053>