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

# Estabilização de um Rejeito de Mineração de Ouro com Ligante Alcalino: Abordagem Mecânica, Microestrutural, Mineralógica e de Lixiviação

Porto Alegre
2026

VICTOR FERREIRA NÚÑEZ

# ESTABILIZAÇÃO DE UM REJEITO DE MINERAÇÃO DE OURO COM LIGANTE ALCALINO: ABORDAGEM MECÂNICA, MICROESTRUTURAL, MINERALÓGICA E DE LIXIVIAÇÃO

Tese 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 Doutor em Engenharia.

Porto Alegre
2026

**VICTOR FERREIRA NÚÑEZ**

# ESTABILIZAÇÃO DE UM REJEITO DE MINERAÇÃO DE OURO COM LIGANTE ALCALINO: ABORDAGEM MECÂNICA, MICROESTRUTURAL, MINERALÓGICA E DE LIXIVIAÇÃO

Esta tese de doutorado foi julgada adequada como parte necessária para a obtenção do título de DOUTOR 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, 19 de março de 2026

Prof. Nilo Cesar Consoli (UFRGS)
Ph.D. pela Concordia University, Canadá
Orientador

Prof. Andres Mauricio Lotero Caicedo (UIS)
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Coorientador

Prof. Nilo Cesar Consoli
Coordenador do PPGEC/UFRGS

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Cezar Augusto Burkert Bastos (FURG)**
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

**Prof. Eduardo Pavan Korf (UFFS)**
Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

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

**Profª. Karla Salvagni Heineck (UFRGS)**
Drª. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Dedico este trabalho à minha família: Antônio, Milene,
André, Fernanda e Isadora pelo apoio incondicional
durante o período de seu desenvolvimento.

# AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Ph.D. Nilo Cesar Consoli, orientador deste trabalho, por todos os ensinamentos, apoio e, principalmente, pela confiança depositada em mim ao longo do desenvolvimento deste trabalho. Todas as discussões foram sempre valiosas. Obrigado pelo incentivo, apoio e viabilização de quaisquer necessidades de análise/ensaio. A forma como o PPGEC é conduzido é inspirador. Ao Prof. Dr. Andres Mauricio Lotero Caicedo, coorientador deste trabalho, que se tornou um grande amigo, por todos *los aportes* e pelo tempo dedicado ao longo do desenvolvimento de todo estudo. Ao Prof. Dr. Cezar Augusto Burkert Bastos, colaborador deste trabalho, por todo conhecimento compartilhado e disponibilidade no auxílio dos procedimentos de laboratório desenvolvidos no período em que lecionei na FURG.

Agradeço ao quadro de professores colegas, técnicos e bolsistas do Laboratório de Geotecnia e Concreto Cláudio Renato R. Dias (FURG) e do Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG), que sempre estiveram disponíveis para colaborações nesta pesquisa, acompanhando o cotidiano laboratorial dessa pesquisa.

Agradeço à minha namorada Isadora Lima, parceira de vida, que esteve sempre comigo, do início ao fim deste processo. Obrigado por ser minha incentivadora, além de ser os ouvidos para todos os problemas e percalços que passei ao longo deste trabalho. Agradeço aos meus pais por todo suporte de sempre. Se hoje sou um pesquisador, é pelo interesse ao estudo estimulado por vocês desde a infância. Aos meus irmãos por serem minha inspiração e orgulho nos estudos. A todos, pela parceria e compreensão da necessidade da minha ausência.

Agradeço ao PPGEC/UFRGS pelo apoio para o desenvolvimento dessa pesquisa, e ao Laboratório de Geotecnia e Concreto Cláudio Renato Rodrigues Dias por fornecer estrutura para realização de diversos ensaios (mecânicos, durabilidade, lixiviação). Agradeço, representado pelo Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf, ao PPGCTA/UFFS pela disponibilidade para execução dos ensaios de lixiviação e quantificação de metais. Sem estas estruturas, esta tese não seria possível, muito obrigado!

Agradeço a ArcelorMittal da unidade Tubarão pela confiança, atenção e fornecimento da Escória Granulada de Alto Forno utilizada na pesquisa.

Agradeço a CAPES/CNPQ pela bolsa de estudos que possibilitou a minha dedicação e realização dos estudos.

“All that glitters is not gold.”
*William Shakespeare*

# RESUMO

NÚÑEZ, V. F. **Estabilização de um Rejeito de Mineração de Ouro com Ligante Alcalino: Abordagem Mecânica, Microestrutural, Mineralógica e de Lixiviação.** 2026. Tese de Doutorado em Engenharia Civil – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

A mineração de ouro é um estratégico setor para o desenvolvimento da economia do Brasil. No entanto, suas operações resultam em uma elevada quantidade de resíduos denominados rejeitos de mineração de ouro (RMO). Atualmente, esses rejeitos tendem a ser dispostos a seco após etapas de filtragem, processo denominado *dry stacking*. Na prática, problemas relacionados ao desempenho mecânico e à dificuldade de operação em dias muito chuvosos ou muito secos sugerem a aplicação de rejeitos filtrados cimentados. A adição de ligantes convencionais é problemática, pois sua produção está associada à elevada demanda energética e à significativa emissão de gases poluentes. Assim, o uso de ligantes alternativos à base de resíduos, como os ligantes álcali-ativados (LAA), surge como uma possibilidade para a estabilização de RMO. A técnica de ativação alcalina em uma parte, apenas com uso de materiais sólidos, torna o uso de LAA mais prática, viável e segura em campo. Nesse contexto, o presente estudo propõe o uso de um LAA *one-part*, composto por escória granulada de alto-forno (EGAF), hidróxido de sódio (HS) e silicato de sódio (SS), na estabilização de RMO para disposição por *dry stacking*. A proposta consiste em avaliar a influência do grau de compactação, do teor de ligante e do tempo de cura na resistência e na rigidez do material, verificando a aplicabilidade como metodologia de dosagem do índice porosidade/teor volumétrico de ligante ($\eta/B_{iv}$). Além disso, o estudo visa avaliar a microestrutura e a mineralogia da matriz cimentada resultante. Outro aspecto importante é o uso de diferentes tipos de ensaios de lixiviação, a fim de validar ambientalmente a imobilização de metais por meio da técnica de solidificação/estabilização (S/E). Todas as análises foram comparadas ao uso de cimento Portland (CPIV) como ligante convencional. Os resultados demonstraram, na melhor condição, que o LAA utilizado resultou em resistência à compressão não confinada de 8,55 e 9,18 MPa, aos 7 e 63 dias de cura, respectivamente, superiores aos 2,61 e 6,92 MPa obtidos com o CPIV, apresentando excelente desempenho em idades iniciais. O teor de ligante e o grau de compactação foram fatores significativos no desempenho mecânico do material, corroborando a importância do uso do índice ($\eta/B_{iv}$). O mesmo tratamento mais resistente, apresentou maior durabilidade por ciclos de molhagem e secagem, resultando em perda de massa acumulada (PMA) de 1,39% em relação aos 2,97% do tratamento utilizando CPIV. Estudos microestruturais verificaram que uma estrutura mais densa e organizada de géis cimentantes do tipo C(N)-A-S-H resultou nesse desempenho superior ao do CPIV. Além disso, constatou-se que esse gel incorporou as partículas do RMO em uma matriz cimentante resistente. O RMO foi inicialmente classificado como não perigoso e não inerte. O processo de estabilização, em relação à lixiviação de metais pesados, foi avaliado, sendo os resultados dependentes do tipo de ensaio e do elemento analisado. Ficou clara, portanto, a importância de uma análise global (mecânica, durabilidade e ambiental) no emprego de ligantes para disposição de RMO cimentados por *dry stacking*.

**Palavras-chave:** *Dry stacking; ativação alcalina one-part; índice porosidade/teor volumétrico de ligante; escória granulada de alto forno; rejeitos filtrados.*

# ABSTRACT

NÚÑEZ, V. F. **Gold Tailings Stabilization Using an Alkaline Binder: Mechanical, Microstructural, Mineralogical, and Leaching Approaches.** 2026. Thesis (Doctor degree in Civil Engineering) – Postgraduate Program in Civil Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

Gold mining is a strategic sector for the development of the Brazilian economy. However, its operations generate large quantities of waste known as gold tailings (GT). Recently, these tailings have tended to be dry-disposed after filtration steps in a process known as dry stacking. In practice, issues related to mechanical performance and operations during extremely rainy or dry days suggest the use of filtered cemented tailings. The addition of conventional binders is problematic, since their production requires high energy consumption and results in significant emissions of harmful gases. Consequently, the use of waste-based alternative binders, such as alkali-activated binders (AAB), has emerged as an option for GT stabilization. The one-part alkali activation method, which uses only solid materials, makes the application of AAB more practical, viable, and safer for in situ conditions. In this context, this study proposes the use of a one-part AAB, composed of ground granulated blast furnace slag (GGBS), sodium hydroxide (SH), and sodium silicate (SS), for GT stabilization for dry stacking disposal. The study evaluates the significance of the degree of compaction, binder content, and curing time on the strength and stiffness of the material, verifying the possibility of using the porosity/volumetric binder content ($\eta/B_{iv}$) index as a dosage parameter. The investigation also evaluates the microstructure and mineralogy of the resulting bonded matrix. Another important aspect is the use of various leaching tests to environmentally assess the immobilization of metals using the solidification/stabilization (S/S) method. All analyses were compared with the use of ordinary Portland cement (OPC) as a conventional binder. The results show that the AAB used resulted in unconfined compressive strength of 8.55 and 9.18 MPa at 7 and 63 days of curing, respectively, which are higher than the 2.61 and 6.92 MPa obtained using OPC, demonstrating excellent short-term performance. Binder content and degree of compaction were significant factors affecting mechanical performance, corroborating the importance of the $\eta/B_{iv}$ index. The same treatment that resulted in higher strength also led to greater durability under drying-wetting cycles, with an accumulated loss of mass (ALM) of 1.39%, compared to 2.97% for the OPC treatment. Microstructural studies showed that a denser and more organized structure of cementitious gels (C(N)-A-S-H type) resulted in superior performance compared to OPC. Furthermore, it was found that this gel incorporated the GT particles into a resistant cementitious matrix. GT was initially classified as non-hazardous and non-inert waste. The stabilization process, regarding to heavy metal leaching, was evaluated, and the results depended on the type of test and the element analyzed. This highlights the importance of a comprehensive (mechanical and environmental) analysis when using binders for the disposal of cemented GT by dry stacking.

**Keywords:** *Dry stacking; one-part alkali-activation; porosity/volumetric binder content index; ground granulated blast furnace slag; filtered tailings.*

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Fluxograma da execução do estudo. ..... 24
Figura 2.1 – Localização das principais reservas minerais brasileiras ..... 27
Figura 2.2 – Processo de mineração normalmente adotado pela indústria. ..... 27
Figura 2.3 – Principais atividades na mineração. ..... 28
Figura 2.4 – Demanda de ouro por segmento de 2010 até 2022. ..... 30
Figura 2.5 – Produção de ouro por país ..... 31
Figura 2.6 – Curvas granulométricas de rejeitos de mineração de ouro ..... 33
Figura 2.7 – Imagem de MEV de rejeito de mineração de ouro. Ponto A: partículas majoritariamente de $SiO_2$ e $Al_2O_3$; e B: partículas principalmente de $Fe_2O_3$ ..... 34
Figura 2.8 – Método de alteamento à montante.. ..... 37
Figura 2.9 – Método de alteamento à jusante. ..... 38
Figura 2.10 – Método de alteamento por linha de centro. ..... 39
Figura 2.11 – Acidentes relacionados a rupturas de barragens ocasionando liberação de rejeitos (esquerda) e perdas de vida humana (direita) ..... 40
Figura 2.12 – Mecanismos e processos relacionados à ruptura de barragens.. ..... 41
Figura 2.13 – Barragem 1 do Córrego do Feijão após ruptura ..... 42
Figura 2.14 – Estado de rejeitos de mineração em relação ao teor de umidade incluindo a nomenclatura usual ..... 44
Figura 2.15 – Filtro prensa de fluxo horizontal ..... 45
Figura 2.17 – Carregamento do caminhão de transporte ..... 46
Figura 2.18 – Caminhão realizando o transporte do rejeito de ouro filtrado ..... 47
Figura 2.19 – Operações de espalhamento e compactação do rejeito de ouro filtrado ..... 47
Figura 2.20 – Controle da densidade de compactação utilizando densímetro nuclear ..... 48
Figura 2.21 – Resistência à compressão não-confinada versus parâmetro $\eta/C_{iv}$ ..... 53
Figura 2.22 – Composição dos cimentos alcalinos ..... 57
Figura 2.23 – Processo de fabricação de ferro gusa originando a escória de alto forno ..... 59
Figura 2.24 – Diagrama ternário de materiais cimentantes ..... 60
Figura 2.25 – Fluxo esquemático da produção de cinco diferentes silicatos de sódio ..... 62
Figura 2.26 – Tipos de ligantes ..... 63
Figura 2.27 – Modelo conceitual de geopolimerização ..... 64
Figura 2.28 – Processo de álcali-ativação em uma parte ..... 66

Figura 2.29 – Processo de otimização do ligante álcali-ativado ..... 68
Figura 3.1 – Projeto de experimento composto de primeira e segunda ordem. ..... 70
Figura 3.2 – Fatores do PCSO e seus respectivos níveis. ..... 73
Figura 3.3 – Cubo com pontos investigados no PCSO e a identificação dos tratamentos realizados. ..... 73
Figura 3.4 – a) Mistura de materiais e b) molde tripartido ..... 80
Figura 3.5 – Prensa hidráulica utilizada para moldagem ..... 80
Figura 3.6 – Determinação de $E_{50}$ ..... 82
Figura 3.7 – Agitador mecânico rotatório com frascos para realização do ensaio lixiviação. . 83
Figura 3.8 – Processo de filtração à vácuo para obtenção do extrato lixiviado. ..... 84
Figura 3.9 – Resíduo misturado com água destilada para realização do ensaio de solubilização. ..... 85
Figura 3.10 – Quantificação de metais pela técnica de ICP-OES realizado na Central Analítica (UFFS Erechim). ..... 85
Figura 3.11 – Amostra de rejeito cimentado <9,5mm. ..... 86
Figura 3.12 – Execução do ensaio de lixiviação em coluna no permeâmetro de parede flexível. ..... 87
Figura 3.13 – Coleta da água percolada no ensaio de lixiviação em coluna. ..... 88
Figura 3.14 – (a) Cilindro metálico Proctor utilizado para moldagem; (b) corpo de prova moldado ..... 89
Figura 3.15 – Recipientes plásticos para imersão dos corpos de prova do ensaio de durabilidade/lixiviação de resíduos monolíticos ..... 91
Figura 3.16 – Localização e disposição do condicionamento da Mina Fazenda Brasileiro. .... 93
Figura 3.17 – Vista de uma das barragens de rejeito da Mina Fazenda Brasileiro ..... 93
Figura 3.18 – Rejeito de minério de ouro da Mina Fazenda Brasileiro utilizado neste estudo. ..... 94
Figura 3.19 – Mapa geológico do setor sul da *Greenstone Belt* do Rio Itapicuru. ..... 95
Figura 3.20 – Curva granulométrica de rejeitos de minério de ouro. ..... 96
Figura 3.21 – Curvas de compactação nas energias Proctor normal, Proctor intermediário e Proctor modificado para o rejeito de minério de ouro estudado. ..... 97
Figura 3.22 – Difratograma de raios-X do rejeito. ..... 100
Figura 3.23 – Imagem MEV do rejeito de minério de ouro estudado. ..... 101
Figura 3.24 – Resultado para o EDS (a) da área total; (b) do ponto P1; e (c) do ponto P2. .... 102

Figura 3.25 – EGAF utilizada no estudo (sem tratamento físico). ..... 103
Figura 3.26 – Amostra original de EGAF utilizada. ..... 104
Figura 3.27 – (a) Equipamento do tipo moinho de bolas utilizado na diminuição granulométrica do material com uso de (b) bolas de porcelana e de aço. ..... 105
Figura 3.28 – Escória de alto forno moída e peneirada. ..... 105
Figura 3.29 – Análise Granulométrica da EGAF. ..... 106
Figura 3.30 – Difratograma de raios-x da EGAF. ..... 107
Figura 3.31 – Difratograma de raios-x do Cimento Portland CPIV. ..... 109
Figura 4.1 – Resistência à compressão média ($q_u$) para cada mistura. ..... 111
Figura 4.2 – Gráfico de efeitos principais para $q_u$ (MPa). ..... 113
Figura 4.3 – Gráfico de Pareto de efeitos personalizados para $q_u$ (MPa). ..... 114
Figura 4.4 – Gráfico de interação para $q_u$ (MPa). ..... 115
Figura 4.5 – Superfícies de resposta para $q_u$ (MPa). ..... 116
Figura 4.6 – Gráficos de resíduos para $q_u$. ..... 117
Figura 4.7 – Módulo de elasticidade ($E_{50}$) médio para cada mistura. ..... 118
Figura 4.8 – Curvas tensão-deformação para os níveis máximos das demais variáveis e 7 dias de cura. ..... 119
Figura 4.9 – Curvas tensão-deformação para os níveis máximos das demais variáveis e 63 dias de cura. ..... 120
Figura 4.10 – Gráfico de efeitos principais para $E_{50}$. ..... 122
Figura 4.11 – Gráfico de Pareto para $E_{50}$. ..... 122
Figura 4.12 – Gráfico de interação para $E_{50}$. ..... 123
Figura 4.13 – Superfícies de resposta para $E_{50}$ (MPa). ..... 125
Figura 4.14 – Gráficos de resíduos para $E_{50}$. ..... 126
Figura 4.15 – Gráfico de $q_u$ vs $E_{50}$. ..... 127
Figura 4.16 – Perda de massa acumulada (PMA) por ciclo. ..... 129
Figura 4.17 – Danos de cada CP por ciclo de molhagem e secagem para (a) A100-8(7) e (b) A100-2(7). ..... 130
Figura 4.18 – Danos de cada CP por ciclo de molhagem e secagem para (a) P100-8(7) e (b) A90-2(7). ..... 131
Figura 4.19 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $q_u$ para o ligante alcalino. ..... 134

Figura 4.20 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $q_u$ para o cimento Portland.....134
Figura 4.21 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $E_{50}$ para o ligante alcalino. .....135
Figura 4.22 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $E_{50}$ para o cimento Portland.....136
Figura 5.1 – Difratogramas para os materiais iniciais e para o RMO estabilizado .....138
Figura 5.2 – Espectros de FTIR para RMO, EGAF e RMO estabilizada pelo LAA no intervalo de 4000-400$cm^{-1}$.....141
Figura 5.3 – Espectros de FTIR para RMO, CPIV e RMO estabilizada por CPIV no intervalo de 4000-400$cm^{-1}$.....141
Figura 5.4 – Análise termogravimétrica (TGA) e derivada (DTG) da a) EGAF, b) CPIV, c) RMO. .....146
Figura 5.5 – Análise termogravimétrica (TGA) e derivada (DTG) de a) amostra RMO estabilizado com LAA (A100-8(63)) e b) amostra de RMO estabilizado com CPIV (P100-8(63)). .....147
Figura 5.6 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por LAA em ampliação de 500x para a) A100-8(63), b) A90-8(63), e c) A100-2(63). .....149
Figura 5.7 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado a) LAA-500x, b) LAA-1000x, c) LAA-3000x, d) LAA-5000x, e) CPIV-500x, f) CPIV-1000x, g) CPIV-3000x, h) CPIV-5000x. .....150
Figura 5.8 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por LAA com ampliação de 5000x e análise de EDS dos pontos E-1, E-2 e E-3.....151
Figura 5.9 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por CPIV com ampliação de 5000x e análise de EDS dos pontos E-1, E-2 e E-3.....152
Figura 5.10 – Micrografia em 500x com pontos de análise de EDS para o RMO estabilizado por LAA.....153
Figura 5.11 – Espectros de EDS dos pontos E1-E5 para o RMO estabilizado por LAA.....154
Figura 5.12 – Mapeamento elementar por EDS para o RMO estabilizado por LAA.....155
Figura 5.13 – Análise de elementar do gel por EDS no plano Ca-Al-Si para o RMO estabilizado por LAA.....156
Figura 5.13 – Micrografia em 500x com pontos de análise de EDS para o RMO estabilizado por CPIV.....157

Figura 5.14 – Mapeamento elementar por EDS para o RMO estabilizado por CPIV. .....158
Figura 6.1 – Concentração de As lixiviado no ensaio pela NBR 10005. .....165
Figura 6.2 – Concentração de Ba lixiviado no ensaio pela NBR 10005. .....167
Figura 6.3 – Concentração de Cd lixiviado no ensaio pela NBR 10005. .....168
Figura 6.4 – Concentração de Zn lixiviado no ensaio pela NBR 10005. .....168
Figura 6.5 – Concentração de Mn lixiviado no ensaio pela NBR 10005. .....169
Figura 6.6 – Concentração de Cr, Se, As e Al para os diferentes ciclos ensaiados.....177

# LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Massa específica real dos grãos de rejeitos de mineração de ouro ..... 33
Tabela 3.1 – Fases do programa experimental ..... 69
Tabela 3.2 – Misturas e variáveis testadas. ..... 74
Tabela 3.3 – Gradiente hidráulico máximo de acordo com a condutividade hidráulica. ..... 88
Tabela 3.4 – Resumo dos resultados da caracterização do rejeito. ..... 96
Tabela 3.5 – Teor de umidade ótimo e peso específico aparente seco máximo para cada energia de compactação ensaiada. ..... 98
Tabela 3.6 – Composição química de elementos maiores do rejeito por FRX, em porcentagem. ..... 99
Tabela 3.7 – Composição química de elementos menores do rejeito por FRX, em partes por milhão (ppm). ..... 99
Tabela 3.8 – Composição química elementar por EDS, em porcentagem de massa. ..... 101
Tabela 3.9 – Composição elementar da EGAF (em % de massa). ..... 107
Tabela 3.10 – Composição elementar do CPIV em (%). ..... 109
Tabela 4.1 – Análise de Variância – Tabela ANOVA para $q_u$ (PCSO). ..... 112
Tabela 4.2 – Análise de Variância – Tabela ANOVA para $E_{50}$ (PCSO). ..... 121
Tabela 5.1 – Resumo da análise de FTIR, com atribuições principais e interpretações relacionados com o DRX, para o RMO, EGAF e CPIV. ..... 142
Tabela 5.2 – Resumo da análise de FTIR, com atribuições principais e interpretações, para o RMO estabilizado por LAA e CPIV. ..... 143
Tabela 5.3 – Análise elementar por EDS para o RMO estabilizado por LAA. ..... 154
Tabela 5.4 – Análise elementar por EDS para o RMO estabilizado por CPIV. ..... 157
Tabela 6.1 – Resultados dos ensaios de lixiviação e solubilização do RMO. ..... 160
Tabela 6.2 – Limites de concentração do extrato lixiviado. ..... 161
Tabela 6.3 – Concentração de metais do extrato lixiviado do RMO no ensaio de lixiviação em coluna. ..... 163
Tabela 6.4 – Ensaios de lixiviação pela NBR para amostras cimentadas. ..... 164
Tabela 6.5 – Ensaios de lixiviação em coluna para 1xVV e 3xVV para amostras cimentadas para o LAA. ..... 170
Tabela 6.6 – Ensaios de lixiviação em coluna para 1xVV e 3xVV para amostras cimentadas para o CPIV. ..... 171

Tabela 6.7 – Ensaios de lixiviação em coluna médio para amostras cimentadas. ..... 172
Tabela 6.8 – Quantificação de metais para o ciclo 3 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos. ..... 173
Tabela 6.9 – Quantificação de metais para o ciclo 6 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos. ..... 174
Tabela 6.10 – Quantificação de metais para o ciclo 9 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos. ..... 174
Tabela 6.11 – Quantificação de metais para o ciclo 12 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos. ..... 175

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM – American Society for Testing and Materials

ANOVA – Análise de Variância

C-S-H – Silicato de cálcio hidratado

C-A-S-H – Sílico-Aluminato de Cálcio hidratado

C(N)-A-S-H – Sílico-Aluminato de Cálcio e Sódio hidratados

CP – Corpo de prova

CPIV – Cimento Portland Pozolânico (tipo IV)

DRX – Difração de Raios-X

EGAF – Escória Granulada de Alto forno

FURG – Universidade Federal do Rio Grande

GC – Grau de Compactação

HS – Hidróxido de Sódio

IP – Índice de Plasticidade

LAA – Ligante Álcali-ativado

LL – Limite de Liquidez

LP – Limite de Plasticidade

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MSR – Método de Superfície de Resposta

N-A-S-H - Sílico-Aluminato de Sódio Hidratado

NBR – Norma Brasileira

PCSO – Projeto de Experimento Composto de Segunda Ordem

PPGEC – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

RMO – Rejeito de Mineração de Ouro

S/E - Solidificação/estabilização

SS – Silicato de Sódio

SUCS – Sistema Unificado de Classificação de Solos

UFFS – Universidade Federal da Fronteira Sul

UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

# LISTA DE SÍMBOLOS

$B_{iv}$ - Teor volumétrico de ligante

$C_{iv}$ - Teor volumétrico de cimento

$CO_2$ – Dióxido de Carbono

$E_{50}$ - Módulo de elasticidade secante para 50% da resistência de pico

$q_u$ - Resistência à compressão não confinada

$\eta$ - Porosidade (%)

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO ..... 21
1.1 RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA ..... 21
1.2 OBJETIVOS ..... 23
1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO ..... 24
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA ..... 26
2.1 MINERAÇÃO E REJEITOS DE MINERAÇÃO ..... 26
2.1.1 Rejeitos de Mineração de Ouro ..... 29
2.1.1.1 Composição química ..... 31
2.1.1.2 Granulometria e massa específica ..... 32
2.1.1.3 Mineralogia e microestrutura ..... 34
2.2 DISPOSIÇÃO E MANEJO DE REJEITOS DE MINERAÇÃO ..... 35
2.2.1 Barragens alteadas à montante ..... 36
2.2.2 Barragens alteadas à jusante ..... 37
2.2.3 Barragens de Linha de Centro ..... 38
2.2.4 Acidentes em barragens de rejeito e Drenagem Ácida de Mina ..... 39
2.2.5 Dry-stacking ..... 43
2.3 SOLOS ARTIFICIALMENTE CIMENTADOS ..... 49
2.3.1 Melhoramento e estabilização química de solos ..... 49
2.3.1.1. Efeito do teor de ligante e densidade de compactação ..... 50
2.3.2 Técnica de solidificação/estabilização (S/E) de contaminantes ..... 54
2.4 ATIVAÇÃO ALCALINA E CIMENTOS ÁLCALI-ATIVADOS ..... 55
2.4.1 Origem dos Cimentos Alcalinos ..... 56
2.4.2 Composição dos cimentos alcalinos ..... 57
2.4.2.1 Escória granulada de alto forno ..... 58
2.4.2.2 Silicato de Sódio como ativador alcalino ..... 61
2.4.3 Modelos de ativação alcalina ..... 62
2.4.3.1 Modelos Conceituais de Geopolimerização ..... 62
2.4.3.2 Modelos com elevados teores de cálcio ..... 65
2.4.4 *One-part Alkali-activation* ..... 65
3. PROGRAMA EXPERIMENTAL ..... 68
3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS ..... 68

3.2 PROJETO EXPERIMENTAL ..... 69
3.2.1 Fase 1 - Estudo do comportamento mecânico da estabilização ..... 70
3.2.2 Fase 2 – Estudo mineralógico, microestrutural, durabilidade e lixiviação ..... 74
3.3 MÉTODOS ..... 75
3.3.1 Preparação preliminar do rejeito de minério de ouro ..... 75
3.3.2 Caracterização física e geotécnica ..... 75
3.3.2.1 Análise granulométrica do rejeito ..... 75
3.3.2.2 Massa específica dos grãos ..... 75
3.3.2.3 Limites de Atterberg ..... 76
3.3.2.4 Acidez do rejeito (pH) ..... 76
3.3.2.5 Classificação geotécnica ..... 76
3.3.3 Caracterização mineralógica e morfológica ..... 76
3.3.3.1 Difração de raios-x (DRX) ..... 76
3.3.3.2 Espectrometria de Fluorescência de raios-x (FRX) ..... 77
3.3.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise de Energia Dispersiva (EDS) ..... 77
3.3.3.4. Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) ..... 78
3.3.3.5. Análise Termogravimétrica (TGA) ..... 78
3.3.4 Método de moldagem e cura ..... 79
3.3.5 Propriedades mecânicas ..... 81
3.3.5.1 Resistência a compressão não confinada ..... 81
3.3.5.2 Módulo de Elasticidade Secante ($E_{50}$) ..... 81
3.3.6 Ensaios de lixiviação e solubilização de metais ..... 82
3.3.7 Durabilidade e Lixiviação de Resíduos Monolíticos ..... 89
3.3.8 Paralisação das reações ..... 91
3.4 MATERIAIS ..... 92
3.4.1 Rejeito de minério de ouro ..... 92
3.4.1.1 Localização e características preliminares da mina ..... 92
3.4.1.2 Geologia local ..... 94
3.4.1.3 Caracterização geotécnica e de compactação do rejeito ..... 95
3.4.1.4 Composição química, mineralógica e microestrutural ..... 98
3.4.2 Escória de Alto Forno ..... 103
3.4.3 Ativadores alcalinos: silicato e hidróxido de sódio ..... 108

3.4.4 Cimento Portland ..... 108
4 ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO ..... 110
4.1 RESULTADO DE RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO NÃO CONFINADA ..... 110
4.1.1 Análise de variância (ANOVA) do PCSO para $q_u$ ..... 111
4.1.2 Modelo de regressão e método de superfície de resposta (MSR) para $q_u$ ..... 115
4.2 RESULTADOS DE MÓDULO DE ELASTICIDADE PARA 50% DE DEFORMAÇÃO ($E_{50}$) ..... 118
4.2.1 Análise de variância (ANOVA) do PCSO para $E_{50}$ ..... 120
4.2.2 Modelo de regressão e método de superfície de resposta (MSR) para $E_{50}$ ..... 123
4.3 ENSAIOS DE DURABILIDADE ..... 127
4.4 RELAÇÕES DO ÍNDICE POROSIDADE/TEOR VOLUMÉTRICO DE LIGANTE 132
4.4.1 Relação de $q_u$ x $\eta/B_{iv}$ ..... 132
4.4.2 Relação de $E_{50}$ x $\eta/B_{iv}$ ..... 135
5 ESTUDO MINERALÓGICO E MICROESTRUTURAL ..... 136
5.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX) ..... 136
5.2 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) ..... 139
5.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E DERIVADA TERMOGRAVIMÉTRICA (DTG) ..... 144
5.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ANÁLISE DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) ..... 147
6 ESTUDO DE SOLIDIFICAÇÃO/ESTABILIZAÇÃO DE METAIS ..... 159
6.1 LIXIVIAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO AMBIENTAL DO REJEITO ..... 159
6.2 LIXIVIAÇÃO PELA NBR EM AMOSTRAS CIMENTADAS ..... 163
6.3 LIXIVIAÇÃO EM COLUNA EM AMOSTRAS CIMENTADAS ..... 169
6.4 LIXIVIAÇÃO DE RESÍDUOS MONOLÍTICOS DURANTE O ENSAIO DE DURABILIDADE EM AMOSTRAS CIMENTADAS ..... 172
6.5 COMPARATIVO DOS ENSAIOS DE LIXIVIAÇÃO ..... 177
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS ..... 180
7.1 SÍNTESE DOS RESULTADOS ..... 180
7.2 CONCLUSÕES ..... 188
7.3 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS ..... 189

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 RELEVÂNCIA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA

A exploração de metais por meio de operações de mineração é uma prática comum na indústria e importante para o desenvolvimento econômico de um país. Por conta disso, principalmente em países com alta quantidade de minério em seu território, como o Brasil, o volume produzido é extremamente elevado. A problemática envolvendo este sistema tem como ponto de partida o proporcional volume de resíduos gerados no processo produtivo, com crescimento 348 milhões de toneladas em 2010 para 684 milhões de toneladas projetados para 2030 (Silva *et al.*, 2012).

Os chamados rejeitos de mineração, material residual da extração e beneficiamento de minérios, merecem atenção especial para sua disposição final. Estes, muitas vezes, apresentam em sua composição um elevado teor de metais pesados que possuem potencial risco de dano ao ambiente. Uma das formas mais comuns e conhecidas são as barragens de rejeito de mineração, onde o material é contido no estado de lama em uma barragem.

Em decorrência de acidentes envolvendo liberação de grandes volumes de rejeito de mineração, com consequências catastróficas em termos ambientais e de perda de vida humana, tem se estudado e aplicado cada vez mais a disposição final dos rejeitos de mineração com reduzido teor de umidade. Isso é possível por conta de um processo de filtragem, no qual o rejeito em forma de lama tem sua umidade reduzida. O material, denominado rejeito filtrado, pode ser então compactado e disposto em aterros ou pilhas de rejeitos.

No entanto, alguns problemas inerentes ao método são observados. O material depositado, em contato com a água, pode ter metais pesados lixiviados para corpos d'água, necessitando de um complexo sistema de impermeabilização que isole o rejeito do meio ambiente. Ademais, em épocas de seca, o material se torna muito pulverulento, emitindo nuvens de poeira no ar que podem dificultar processos de operação sobre este material. Este fator reduz a produtividade e até mesmo apresenta risco à saúde dos operadores. Visando a geomecânica do material, existe uma preocupação em relação a estabilidade da pilha compactada para que não ocorram rupturas e/ou outros acidentes.

Como forma de solução e prevenção para os problemas acima mencionados, muitas empresas e pesquisadores têm dado foco para aplicação de agentes cimentantes no rejeito

filtrado. Na prática, o ligante atualmente empregado é o cimento Portland. Sabe-se, no entanto, que este ligante apresenta um problema ambiental sério no seu processo produtivo. A alta emissão de gás carbônico ($CO_2$) na atmosfera, com cerca de 1ton de $CO_2$ produzida para fabricar 1ton de cimento Portland (Davidovits, 1991), é responsável por cerca de 9% da emissão mundial (Talaei *et al.*, 2019). Além disso, a produção do cimento Portland está associada ao alto consumo energético e elevado teor de uso de recursos minerais naturais (Chen *et al.*, 2025; Sousa; Bogas, 2021).

Como forma alternativa ao cimento Portland, pesquisas recentes estão focadas na aplicação de ligantes alternativos no processo de cimentação de rejeitos compactados. Estes ligantes são compostos principalmente por resíduos e coprodutos industriais, que incluem cinza volante, escória granulada de alto forno, cinza de casca de arroz, sílica ativa, cinza de bagaço de cana de açúcar e outros (Nasir *et al.*, 2024).

Nos ligantes alcalinos, estes materiais residuais são usados como fonte de aluminossilicatos para formação de géis cimentantes por meio da reação promovida por um ativador alcalino. Quando todos materiais envolvidos são utilizados em pó, a técnica torna-se mais segura e prática, conhecida por *one-part alkali-activation*. Estudos anteriores utilizaram o método *two-part*, com ativadores alcalinos em solução contendo principalmente hidróxido de sódio para estabilização de rejeitos de mineração de ouro (Kiventerä *et al.*, 2016; Mashifana *et al.*, 2021; Pereira dos Santos *et al.*, 2022). Assim, uma lacuna de conhecimento é aberta sobre a sua estabilização por ligantes alcalinos *one-part*.

Além disso, os estudos de estabilização de rejeitos de mineração de ouro estão concentrados de forma isolada ou na análise do comportamento mecânico (Pereira dos Santos *et al.*, 2022; Zhenkai *et al.*, 2023) ou de lixiviação (Barrie *et al.*, 2015a; Kiventerä *et al.*, 2018a). Assim, é observada a ausência de estudos na literatura que façam uma análise completa do método de *one-part alkali-activation* para estabilização de rejeitos de mineração de ouro com uma análise integrada de aspectos mecânicos, durabilidade, lixiviação, microestrutura e mineralogia.

Neste contexto, o presente estudo visa avaliar o potencial uso de um ligante álcali-ativado pelo método de *one-part*, composto por escória de alto forno, silicato de sódio e hidróxido de sódio, na estabilização de rejeitos de mineração de ouro compactados para disposição em *dry stacking*. A escória é o precursor, que serve como fonte de aluminossilicatos e cálcio, enquanto o silicato e o hidróxido de sódio funcionam como

ativadores alcalinos. Portanto, trata-se de um processo de ativação alcalina com alto teor de cálcio.

A primeira etapa consiste na análise do comportamento mecânico de rejeitos de mineração estabilizados e compactados em diferentes densidades, teores de ligante e tempos de cura. Após, é estabelecido um estudo ambiental utilizando diferentes tipos de ensaios de lixiviação para avaliar se o rejeito de mineração de ouro estabilizado pelo ligante alcalino pode encapsular metais pesados para o meio, verificando suas concentrações nos corpos de prova testados. Por fim, é estabelecido um estudo mineralógico/microestrutural a fim de identificar os produtos de reação do rejeito de mineração de ouro estabilizado, bem como a morfologia da matriz cimentada.

Através do presente estudo, é possível verificar a possibilidade da aplicação de um ligante alcalino *one-part* como agente cimentante no processo de estabilização de um rejeito de mineração de ouro. Busca-se um entendimento do comportamento mecânico deste rejeito estabilizado por um ligante não convencional, verificando como a sua microestrutura e produtos de reação colaboram com a durabilidade da cimentação. Além disso, a análise ambiental por lixiviação de metais permite verificar a viabilidade ambiental do processo, complementando a análise mecânica que comumente é o único aspecto avaliado no estudo de pilhas compactadas.

## 1.2 OBJETIVOS

No cenário anteposto, objetiva-se analisar a estabilização e encapsulamento de um rejeito de mineração de ouro para disposição a seco, filtrado e compactado, utilizando um ligante alcalino.

A partir deste objetivo geral, os objetivos específicos podem ser determinados:

- Analisar a influência do tempo de cura, densidade de compactação e teor de ligante no comportamento mecânico (resistência e rigidez);
- Verificar a aplicação do índice porosidade/teor volumétrico de ligante como forma de dosagem racional na estimativa do comportamento mecânico do rejeito estabilizado;
- Avaliar a estabilização do rejeito de mineração de ouro por análise microestrutural e mineralógica, verificando os produtos de reação e morfologia resultantes, através de ensaios FTIR, TGA, DRX e MEV;

- Verificar a estabilização/encapsulamento de metais por diferentes ensaios de lixiviação do rejeito de mineração de ouro estabilizado por um ligante álcali-ativado para disposição a seco em diferentes condições de cura, densidade de compactação e teor de ligante.

## 1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente estudo foi planejado e executado conforme o fluxograma apresentado na Figura 1.1, que apresenta separadamente cada fase (Fase 1 e Fase 2), bem como cada etapa parcial para que se atinjam os objetivos propostos.

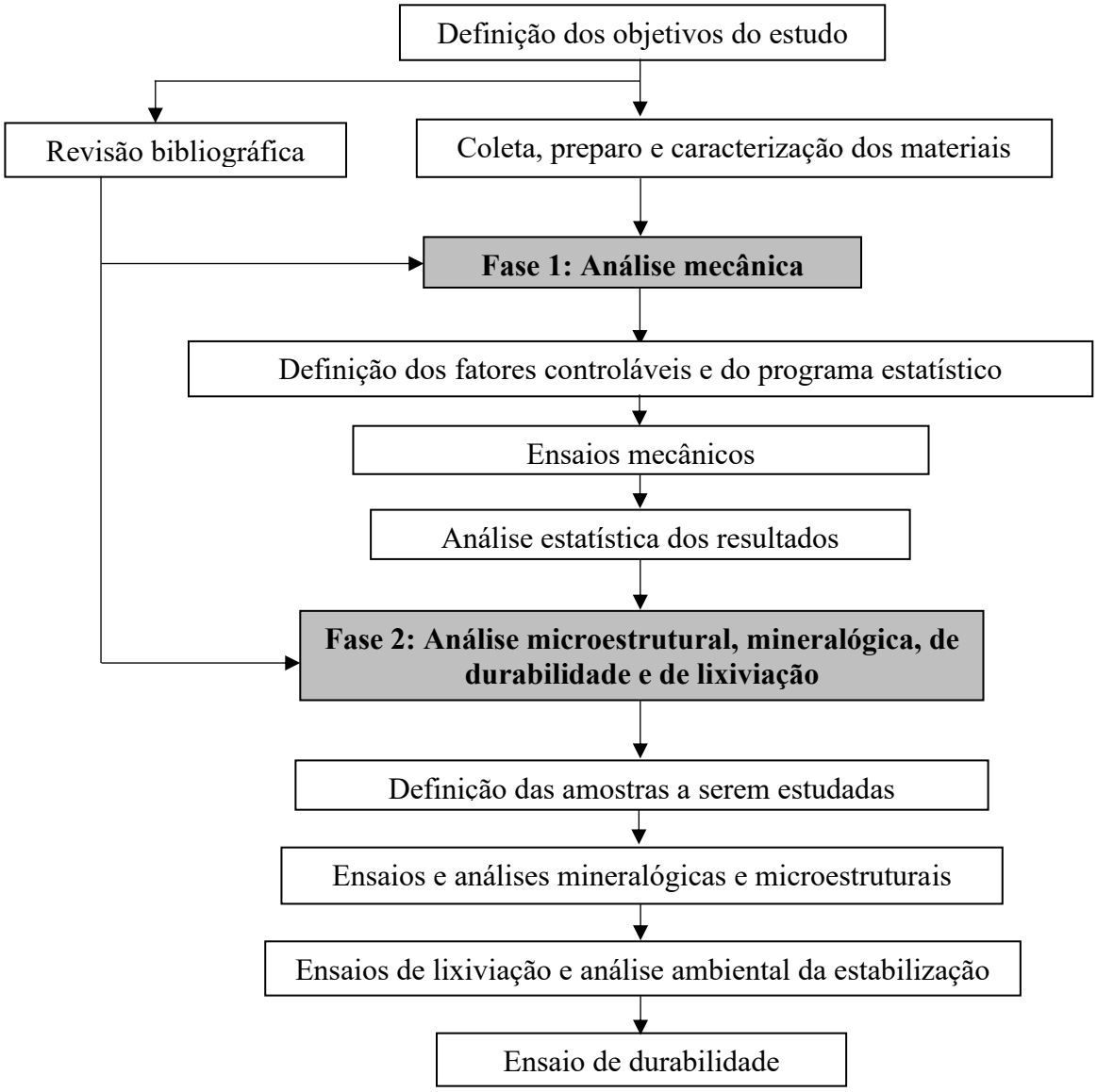



Figura 1.1 – Fluxograma da execução do estudo (elaborado pelo autor).

No **Capítulo 1** está apresentada uma introdução da presente pesquisa, iniciando por sua relevância e justificativa, seguido dos objetivos (definidos como objetivo geral e objetivos específicos). Além disso, é apresentada a estrutura do trabalho.

No **Capítulo 2** está apresentada uma revisão bibliográfica sobre os tópicos relevantes ao presente estudo, a fim de formar um referencial teórico para o planejamento dos experimentos e interpretação dos resultados. Serão abordados assuntos como mineração e rejeitos de mineração, com foco principal em rejeitos de mineração de ouro, disposição de rejeitos e solos artificialmente cimentados com foco em desempenho mecânico e ambiental.

No **Capítulo 3** está definido o programa experimental. Assim, estão estabelecidas as variáveis aplicadas no estudo, bem como a metodologia e características dos materiais utilizados para atender os objetivos propostos.

No **Capítulo 4** está apresentado o projeto de experimento e seus resultados para a Fase 1 do estudo, que contempla a influência de cada variável proposta (GC, teor de ligante e tempo de cura) na resposta mecânica e durabilidade.

No **Capítulo 5** inicia a Fase 2 do estudo, onde estão apresentados os resultados do estudo mineralógico e microestrutural do rejeito de mineração de ouro estabilizado.

No **Capítulo 6** estão apresentados os resultados do estudo ambiental, onde são analisadas a influência de cada variável proposta (GC, teor de ligante e tempo de cura) nos diferentes ensaios de lixiviação aplicados.

No **Capítulo 7** estão apresentadas as conclusões e discussões do estudo completo.

Por fim, estão apresentadas as referências bibliográficas citadas ao longo do texto, que serviram como guia para a definição dos objetivos, variáveis, discussão e comparativo dos resultados.

# 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção serão abordados os diversos tópicos necessários para contextualização da temática deste estudo. Assim, serão analisados dados bibliográficos sobre rejeitos de mineração, bem como métodos de disposição de rejeitos, estabilização de solos e ligantes álcali-ativados.

## 2.1 MINERAÇÃO E REJEITOS DE MINERAÇÃO

A mineração é uma atividade indispensável para o desenvolvimento socioeconômico do país. Os processos vão desde a pesquisa, passando por fases de licenciamento ambiental, exploração e extração, até o beneficiamento do minério. No ano de 2021, no Brasil, 89% do valor total da produção mineral foi das substâncias classificadas como metálicas. Desta classe, 11 minerais são responsáveis por 99,7% da atividade de mineração, estando a localização das principais reservas minerais apresentadas na Figura 2.1. Além disso, cabe ressaltar que o valor de produção destas 11 substâncias totalizou 312,9 bilhões de reais (ANM, 2023). O *Environmental Code of Practice for Metal Mines (ECPMM)* define os estágios da mineração como o período de produção e processo do minério para obter um produto para o mercado (CME, 2009). Logo, as operações de mineração incluem as fases de extração e processamento do minério, bem como de atividades associadas a ele. Este período de atividade de uma mina pode durar de vários anos até décadas de funcionamento, ou até mesmo em períodos mais curtos ou interruptos devido às demandas de mercado. O processo de mineração frequentemente adotado pela indústria está demonstrado na Figura 2.2, enquanto as atividades relacionadas ao processo de mineração estão apresentadas na Figura 2.3.

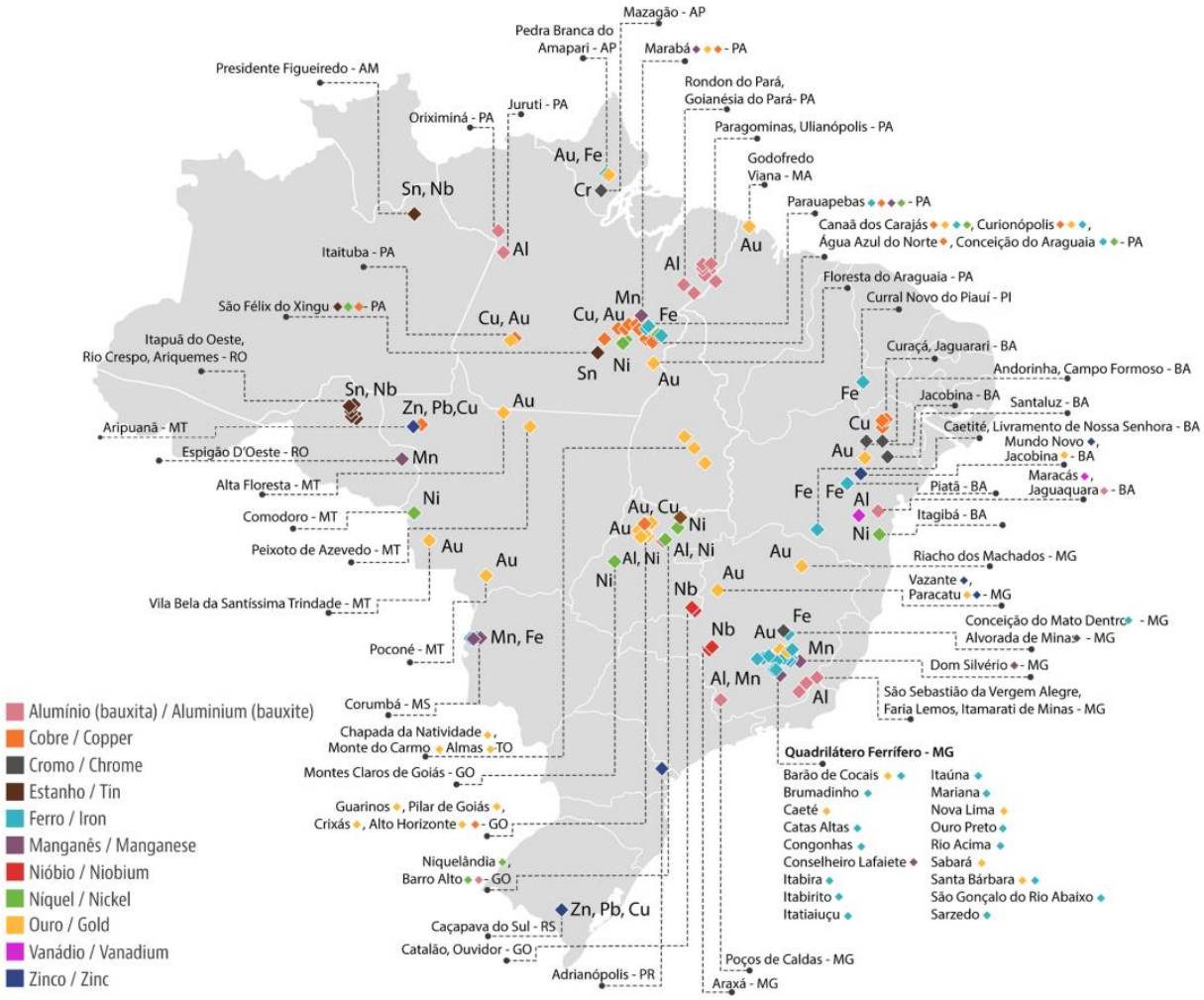
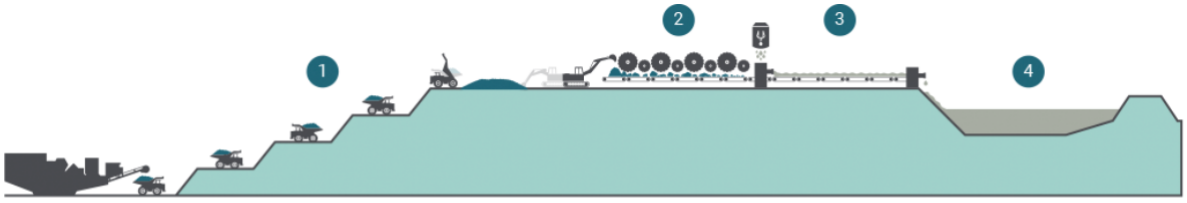



Figura 2.1 – Localização das principais reservas minerais brasileiras (ANM, 2023).




1. Rocha contendo minerais e metais é extraída da terra e processada para separar minerais e metais

2. A rocha minerada é finamente moída e misturada com água e alguamas vezes químicos para separar minerais e metais

3. Com os minerais ou metais desejados extraídos da rocha moída, os resíduos que restam estão em forma de lama, conhecidos como rejeitos de mineração

4. A lama pode ser processada até se parecer com um material arenoso e transportada para uma pilha seca, ou bombeado no estado úmido para um reservatório com barragem

Figura 2.2 – Processo de mineração normalmente adotado pela indústria. Adaptado de: (Traverse, 2020).

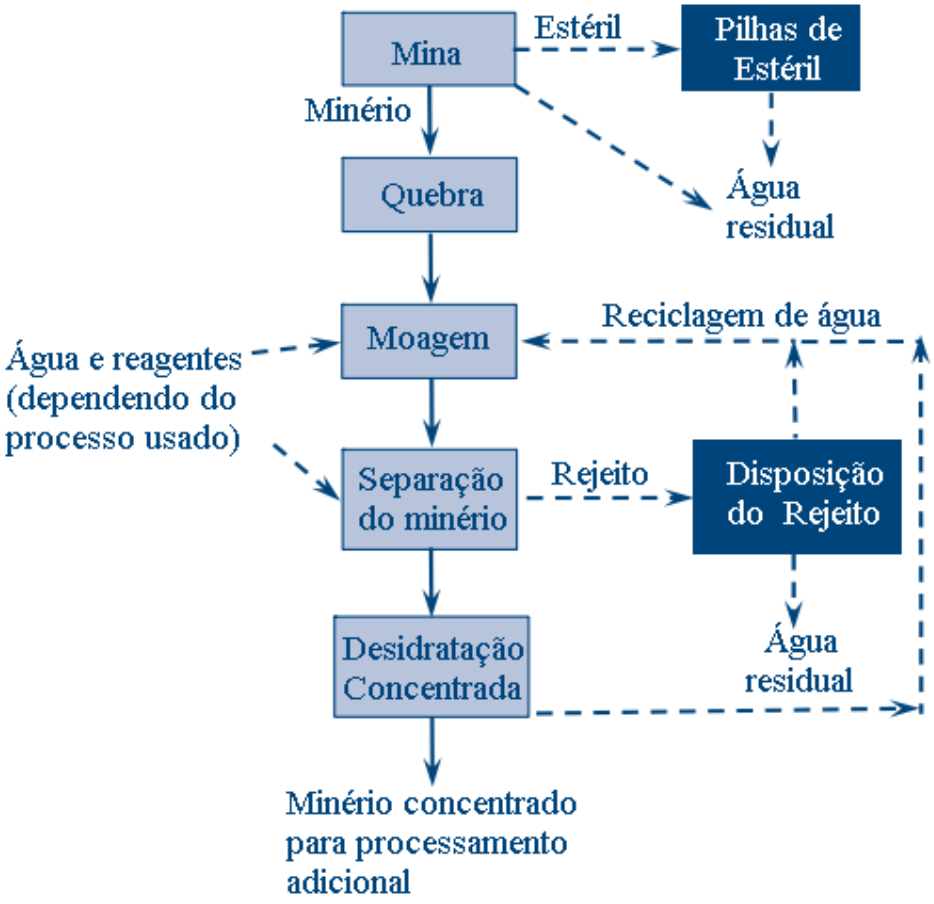



Figura 2.3 – Principais atividades na mineração. Adaptado de: (CME, 2009)

A extração do minério ocorre na mina de forma a céu aberto ou subterrânea. A primeira normalmente é preferida, pois os custos envolvendo suas etapas normalmente são menores que da segunda. Além disso, alguns outros fatores podem afetar a escolha do tipo de atividade adotada, como a concentração do minério, a geometria do depósito do minério, a topografia local, dentre outros fatores (CME, 2009). Após a extração, o minério bruto é processado a fim de realizar a separação do mineral de interesse do material residual (ganga). As atividades de quebra e moagem do minério são formas físicas de realizar a liberação do mineral de interesse antes de realizar o processo de separação químico ou físico. A quebra é realizada a seco como forma de realizar uma redução granulométrica mais grosseira, enquanto que a moagem é realizada sob forma úmida e objetiva uma granulometria ainda mais fina. A moagem pode ser realizada com a adição de materiais químicos como cal, cianeto de sódio e dióxido de enxofre, como preparação para a separação adequada do estéril (CME, 2009). A separação da ganga pode envolver processos físicos (por gravidade, magnetismo ou flotação)

e processos químicos, que envolvem a lixiviação do minério com um componente químico (por exemplo, cianeto e ácido sulfúrico) para realizar a separação do minério de interesse. A maioria dos processos físicos resultam em um minério concentrado com alto teor de umidade, o que implica em processos adicionais de desidratação por meio de deposição (e deságue por gravidade) ou filtragem.

A alta produção mineral leva a uma elevada produção de rejeitos, uma vez que os metais se apresentam em concentrações menores no minério bruto, sendo de 50g/ton para o cobre e 0.005g/ton para o ouro, por exemplo (Marsden; House, 2006). Este grande volume de material residual não tem valor econômico e necessita um gerenciamento de sua disposição, de forma que o meio ambiente e a sociedade não sofram os possíveis impactos. Este material é conhecido como rejeito de mineração.

Rejeitos de mineração são coprodutos do processo de mineração, no qual se extraem as frações de interesse do minério bruto, restando uma fração sólida de granulometria fina (normalmente com tamanho de silte) em conjunto com produtos químicos e água utilizada no processo. No entanto, a mineralogia, granulometria e morfologia de rejeitos de mineração apresentam variação, devido a diferentes composições dos minérios brutos e processos de extração utilizado (Li *et al.*, 2018). Por conta destes fatores, o comportamento e propriedades de rejeitos de mineração são bastante variáveis e diferentes de solos naturais, por exemplo. Bedin (2010) recomenda que a análise geotécnica de um resíduo de mineração deve levar em conta a origem do material (processos físicos e químicos em que foi submetido). Assim, nem sempre existe uma relação entre a granulometria e a composição mineralógica, de forma diferente do que ocorre em solos naturais (Tomasi, 2018). Os resíduos da mineração podem ocorrer de diferentes formas: 1) solo solto e cobertura de rocha pedregulhosa, quebrada e parcialmente alterada em operações de mineração a céu aberto; 2) como estéril em mineração subterrânea; e 3) como rejeito de mineração fino (resíduo do processo de extração mineral do minério bruto) (Blight, 2009).

### 2.1.1 Rejeitos de Mineração de Ouro

O ouro é um dos recursos metais mais importantes da indústria. A sua mineração objetiva o uso e desenvolvimento do espaço aéreo, comunicação eletrônica, medicina e odontologia, instrumentos de precisão, joias, investimentos e outros usos. Na Figura 2.4 é possível verificar a demanda por ouro para alguns segmentos no mundo, de 2010 até 2022. Segundo dados da produção mundial de ouro por país (WGC, 2022), o Brasil foi o 14° maior produtor de ouro

do mundo, com 90,1 toneladas, sendo a China a principal produtora com 332.0 toneladas (Figura 2.5). Além disso, no Brasil, o minério de ouro corresponde a 8.65% da mineração de metálicos do país, ficando atrás apenas do ferro (80.1%) (ANM, 2023). Estes dados evidenciam a importância do estudo de rejeitos de minério de ouro, tendo em vista que a sua produção resulta, consequentemente, em altos teores de rejeitos de mineração, já que a concentração industrial de ouro em relação ao mineral bruto é de aproximadamente 0.005g/ton (Marsden; House, 2006).

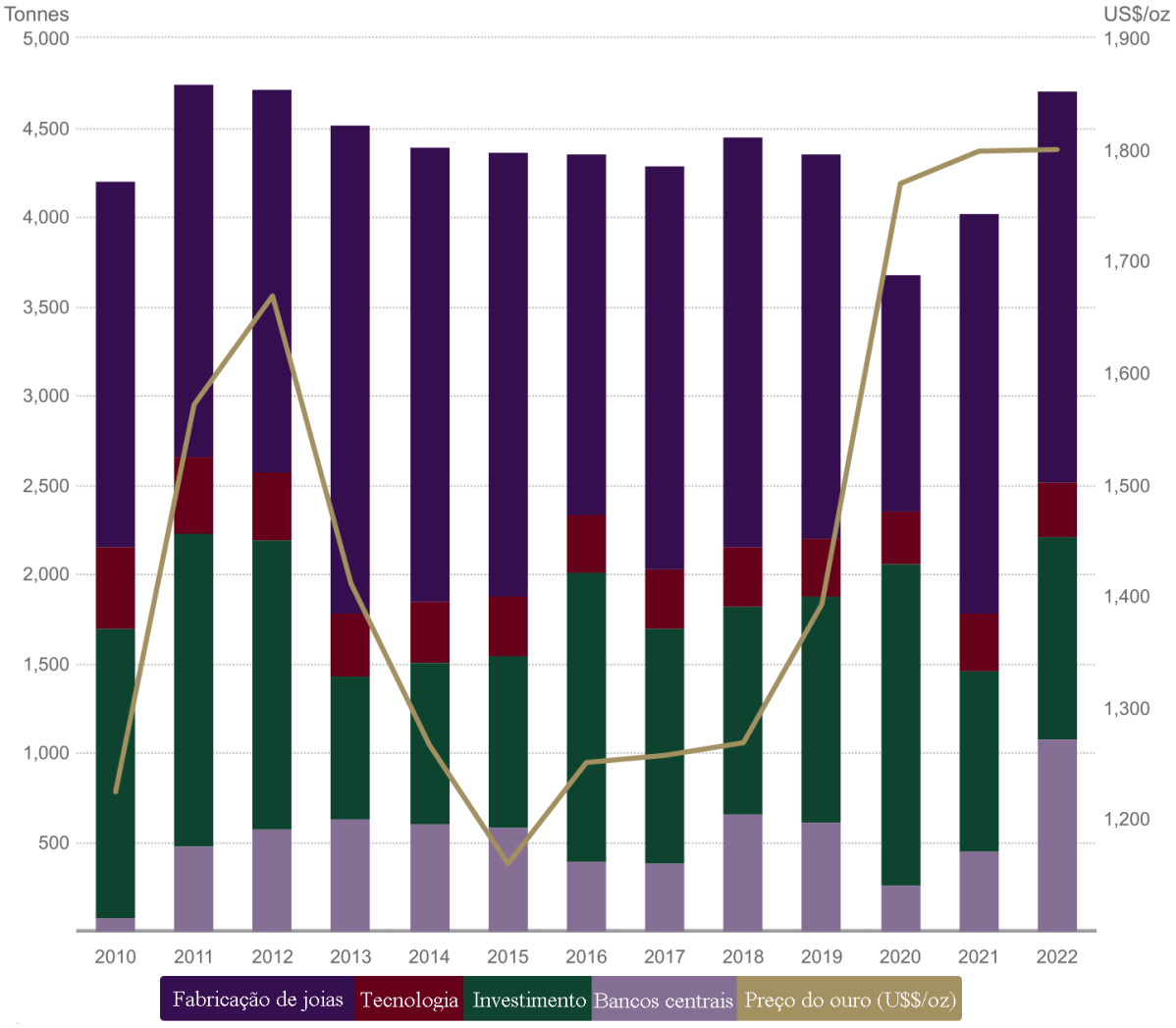



Figura 2.4 – Demanda de ouro por segmento de 2010 até 2022 (WGC, 2022).

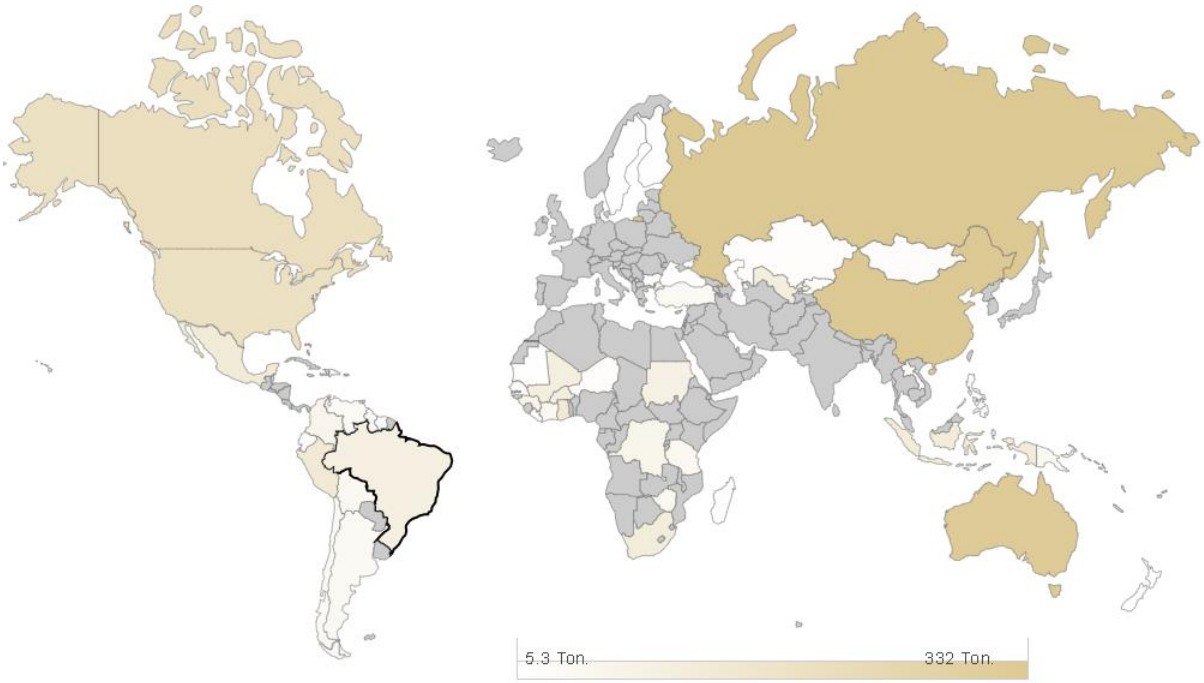



Figura 2.5 – Produção de ouro por país (WGC, 2022).

Os rejeitos de mineração de ouro (RMO) normalmente são dispostos sob forma de lama em barragens de rejeito por um longo período. Apesar disso, este material apresenta problemas quando armazenado por tempos maiores. Isto ocorre devido às suas propriedades físico-químicas, que ocasionam a diminuição da atividade do rejeito da barragem, da matéria orgânica e dos micro-organismos. Estes fatores são cruciais para o crescimento de vegetação no local (Wang *et al.*, 2018). O processo de separação do minério de ouro normalmente utilizado é o processo de separação química por lixiviação com cianeto, também conhecido como cianetação. Uma solução diluída de cianeto de cálcio ou sódio é usada para dissolver o metal. O ouro é então recuperado dessa solução por absorção diretamente da pasta da lixiviação. São utilizados grãos de carvão ativado ou pó de zinco na solução para que o ouro precipite (CME, 2009). Por isso, os rejeitos de mineração de ouro, normalmente, apresentam alta toxicidade oriunda de resquícios dos produtos químicos utilizados.

#### 2.1.1.1 Composição química

A composição química de rejeitos de mineração de ouro tem grandes similaridades entre si, apesar de diferentes processos de beneficiamento levarem a diferentes composições. A análise química normalmente é feita por ensaios de Espectrometria de Fluorescência de Raios-X

(FRX). A análise elementar apresenta normalmente a predominância de óxidos de silício ($SiO_2$), ferro ($Fe_2O_3$), cálcio (CaO), alumínio ($Al_2O_3$), magnésio (MgO), sódio ($Na_2O$), titânio ($TiO_2$), enxofre ($SO_3$), potássio ($K_2O$), manganês (MnO) e fósforo ($P_2O_5$) (Aseniero *et al.*, 2018; Bedin, 2006; Bernardez *et al.*, 2021; Cui *et al.*, 2022; Solismaa *et al.*, 2018; Tomasi, 2023; Wang *et al.*, 2019). Além disso, diversas pesquisas demonstraram a presença de metais pesados tóxicos em menores quantidades em sua composição, como arsênio (As), cádmio (Cd), cobalto (Co), cobre (Cu) e níquel (Ni) (Maboeta *et al.*, 2018; Zhao *et al.*, 2021). Estes metais apresentam alto potencial de risco ecológico, uma vez que a ruptura de uma barragem de rejeitos de ouro causa um grande impacto em sistemas de recursos hídricos, poluição e erosão do solo, e também na segurança de vidas humanas (Glotov *et al.*, 2018; Zheng *et al.*, 2017). A oxidação de sulfetos presentes no rejeito pode gerar ácido sulfúrico, resultando em uma solução fortemente ácida que pode gerar a solubilização de elementos tóxicos, como o alumínio (Al), manganês (Mn), zinco (Zn), cádmio (Cd), mercúrio (Hg), arsênio (As), chumbo (Pb) e cobre (Cu). Estes elementos, caso presentes solubilizados no meio, podem ser mobilizados em águas, e absorvidos por plantas e incorporados na cadeia trófica (Bernardez *et al.*, 2021; Shu *et al.*, 2001). Em grande parte das operações apenas os metais de interesse (ouro) são recuperados do minério bruto, enquanto que Pb, Cu, Zn e outros constituintes como Cd e As são descartados como resíduos (Barrie *et al.*, 2015b). Contaminação da água por Cd, As e Hg associada com mineração artesanal e em pequena escala, é relatada em estudos anteriores (Appleton *et al.*, 2001; Tarras-Wahlberg *et al.*, 2001).

#### 2.1.1.2 Granulometria e massa específica

A característica granulométrica de um rejeito de mineração depende de fatores como a mineralogia da rocha e do processo de extração e beneficiamento do minério. Por este motivo, é difícil a determinação de uma curva típica para um rejeito de mineração, ficando normalmente definida apenas uma faixa de variação de cada fração granulométrica, já que as características da rocha variam de acordo com a região e os processos de acordo com a indústria em questão. No entanto, é possível determinar os siltes como a faixa granulométrica predominante para rejeitos de mineração, apesar de poderem apresentar quantidades significantes de areias e argilas. Esse fato pode ser observado na Figura 2.6, onde estão apresentadas as curvas granulométricas de rejeitos de minério de ouro brasileiros (Bedin, 2010; Klahold, 2013; Li *et al.*, 2018; Tomasi, 2023) e de uma curva média para 12 rejeitos de mineração da África do Sul (Blight; Steffen, 1979). Assim como a granulometria, a massa

específica dos grãos do rejeito de mineração é extremamente dependente do processo de deposição e local de coleta das amostras, bem como da mineralogia e do processo de beneficiamento. Alguns valores encontrados na literatura estão apresentados na Tabela 2.1.

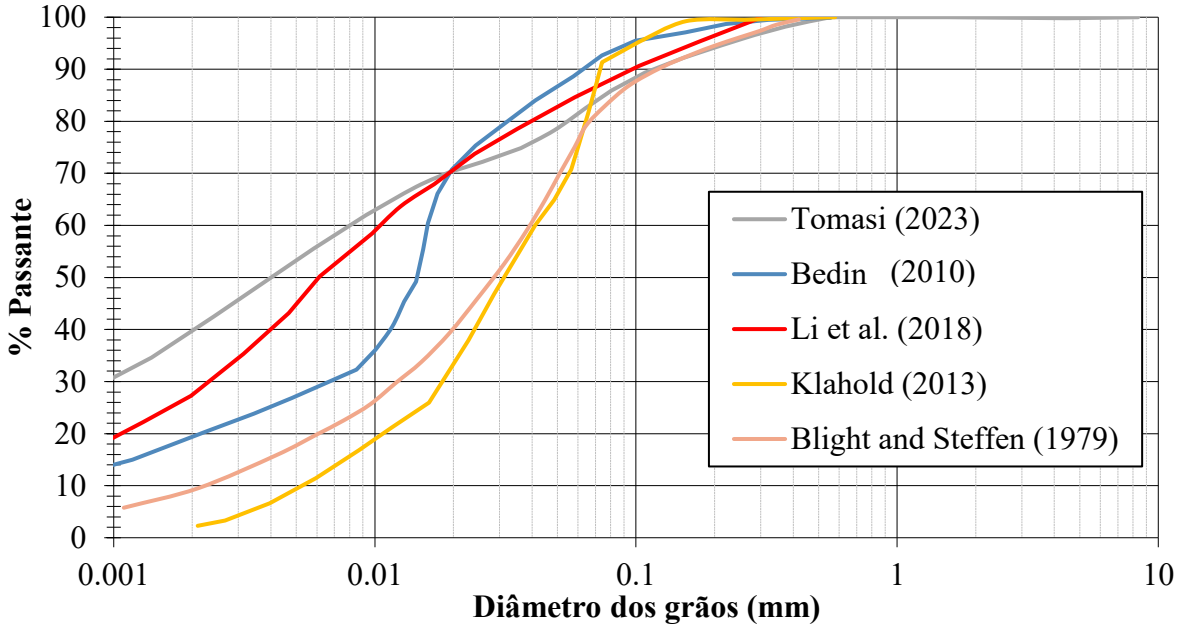



Figura 2.6 – Curvas granulométricas de rejeitos de mineração de ouro

Tabela 2.1 – Massa específica real dos grãos de rejeitos de mineração de ouro

| Massa específica real dos grãos (g/cm³) | Referência |
|---|---|
| 2.7 | (Hamel; Gunderson, 1973) |
| 2.6 | (Soderberg; Busch, 1977) |
| 3.4-3.6 | (Mcphail *et al.*, 2004) |
| 3-3.3 | (Bedin, 2010) |
| 2.89 | (Li *et al.*, 2018) |
| 2.86 | (Nierwinski, 2019) |
| 2.71 | (Hoch, 2022) |
| 2.77 | (Tomasi, 2023) |
| 2.6-3.6 | Faixa Geral |

Fonte: Autor

2.1.1.3 Mineralogia e microestrutura

A mineralogia de rejeitos de mineração de ouro depende das características da rocha de origem e dos processos em que é submetida. Normalmente é analisada por ensaios de difração de raios-x (DRX). Em pesquisas anteriores, foram indicadas a presença de quartzo (Aseniero *et al.*, 2018; Bedin, 2010; Bernardez *et al.*, 2021; Cui *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018; Wang *et al.*, 2019), clinocloro (Bedin, 2010; Bernardez *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2018), albita (Bedin, 2010; Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018) e outros feldspatos (Cui *et al.*, 2022; Solismaa *et al.*, 2018; Wang *et al.*, 2019), a calcita (Aseniero *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018), e as micas (Wang *et al.*, 2019).

A microestrutura dos rejeitos de mineração de ouro é analisada por ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados normalmente apresentam minerais de forma irregulares e relativamente angulares (Bedin, 2010; Hoch, 2022), com amostras apresentando considerável variação granulométrica devido ao processamento do material (Bedin, 2010). Hoch (2022) e Qin *et al.* (2020) verificaram a presença de grãos de superfície lisa, principalmente compostos por $SiO_2$ e $Al_2O_3$ (ponto A), e grãos e superfície rugosa, compostos principalmente por $Fe_2O_3$ (ponto B) (Figura 2.7). A identificação de uma superfície rugosa e porosa com pó de limonita preenchendo os poros foi também relatada (Wang *et al.*, 2013). Além disso, nenhuma orientação de partículas ou agregação foi observada em algumas pesquisas, sendo uma possível causa a forma de preparação das amostras para execução do ensaio MEV (Chang *et al.*, 2011; Li, 2017; Li *et al.*, 2018).

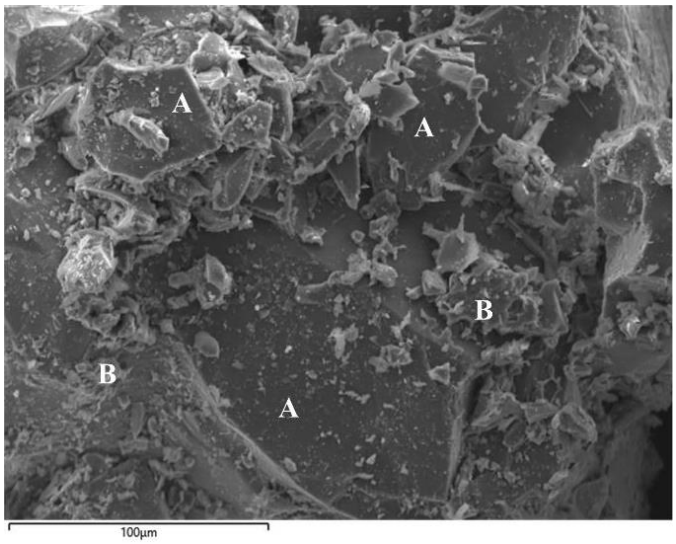



Figura 2.7 – Imagem de MEV de rejeito de mineração de ouro. Ponto A: partículas majoritariamente de $SiO_2$ e $Al_2O_3$; e B: partículas principalmente de $Fe_2O_3$ (Hoch, 2022)

## 2.2 DISPOSIÇÃO E MANEJO DE REJEITOS DE MINERAÇÃO

Os rejeitos de mineração podem ser depositados de diferentes formas, que dependem de alguns fatores como suas características químicas e físicas, topografia do local, condições climáticas, legislação vigente e o contexto ambiental e social em que a mina está situada (LPSDP, 2011). De acordo com Tomasi (2023), de forma geral, a disposição de rejeitos está relacionada com os seguintes fatores:

1) O nível do desague aplicado antes da disposição dos rejeitos, que são função da reologia e capacidade de transporte do material;
2) Reatividade do rejeito (química e biológica);
3) Necessidade de retornar água ao processo;
4) Qualidade da água de processamento e capacidade de sua reciclagem na planta, bem como a disponibilidade de água bruta para o processamento.

Normalmente, a disposição de rejeitos necessita de estruturas especiais, grandes áreas territoriais e manutenção onerosa e perigosa (Kiventerä *et al.*, 2016). Em geral, os rejeitos são dispostos com estruturas de contenção (por exemplo barragens) ou em forma de pilhas (no caso de estocagem a seco-*dry stacking*), bem como reaterro de escavação de minas subterrâneas. A forma mais comumente adotada é a de disposição em barragens de contenção. Neste caso, os rejeitos são condicionados sob forma de lama ou polpa, que consiste em uma mistura de sólidos e água proveniente do processamento do minério, e que é adequada ao transporte gravitacional por dutos até o represamento (Vick, 1990). Estas barragens podem ser executadas utilizando solos, materiais estéreis, ou mais amplamente com o uso do próprio rejeito. O processo de alteamento de barragens é interessante, pois os custos executivos são distribuídos na vida útil da barragem, podendo ser ampliados conforme a necessidade. No entanto, os reservatórios resultantes são passíveis de problemas e riscos ambientais e de saúde humana. Os rejeitos de mineração dispostos sob forma de lama são geralmente bombeados com teores de 25% a 50% de sólidos, sendo para rejeitos de mineração de ouro um teor médio de 45% de sólidos (Williams; Williams, 2004). O teor de sólidos é importante, pois em baixas concentrações (altos teores de água), podem ser geradas altas pressões e infiltrações de água na barragem. Com isso, o fluxo de água pela parede da barragem ou sob a fundação dela, pode ser muito maior do que a que ocorre naturalmente pela água da chuva, principalmente em climas secos (Tomasi, 2023). O método de disposição adotado sob forma de lama ou seco, dependem de fatores principalmente técnico/econômicos, e devem estar acompanhados de características geotécnicas que garantam a segurança da disposição. Portanto, o método de

disposição deve garantir segurança, estabilidade, segurança ambiental, economia, garantindo a saúde pública e reduzindo riscos, com menor impacto social e ambiental durante as operações da mina e mesmo após seu fechamento (LPSDP, 2011). Os rejeitos sob forma de lama normalmente são depositados em barragens por alteamentos que podem ser realizados à montante, à jusante e por linha de centro; enquanto que o rejeito seco é filtrado e disposto em pilhas compactadas (*dry stacking*).

### 2.2.1 Barragens alteadas à montante

O método de alteamento de barragens realizado à montante consiste na execução de um dique inicial, onde em sua crista são lançados os rejeitos à montante do dique de partida. Este dique normalmente é constituído por enrocamento ou camadas de argila compactada. Quando o nível dos rejeitos lançados atingir a cota a crista do dique inicial, é realizado o processo de alteamento, o qual consiste na construção de um novo dique (normalmente com o próprio rejeito) sobre a praia resultante da etapa anterior (Figura 2.8). Como é construído sobre a própria praia de rejeitos, este material de fundação deve ser competente o suficiente para receber com segurança o carregamento oriundo do dique subsequente, por isso é recomendado que o material de base não deve apresentar fração menor que 40 a 60% de grãos da faixa granulométrica de areias (Vick, 1990). Assim, normalmente a fração grosseira que é separada hidraulicamente é utilizada para preencher as praias de rejeito e a fração mais fina os lagos de rejeitos. Este método possui o menor custo inicial, sendo um dos mais utilizados em barragens de rejeitos em locais com baixo risco de sismos. Por conta destas facilidades citadas acima, mais de metade das barragens de rejeitos são constituídas por este método (Lottermoser, 2010). No entanto, devido suas características construtivas é o método que apresenta maior tendência de falha e suscetibilidade de liquefação, sendo necessário um alteamento lento, de forma a permitir que o material depositado perca umidade e consolide até um nível que seja possível construir a nova etapa da barragem (Blight, 2009). Por conta de suas limitações, este método não é utilizado em vários lugares do mundo, ficando mais utilizado em regiões mais secas e sem atividades sísmicas. Este método foi proibido pela Resolução ANM n°4 (2019), substituída pela Resolução ANM n° 13 (2019), após a ruptura e desastre da barragem de Brumadinho em 2019.

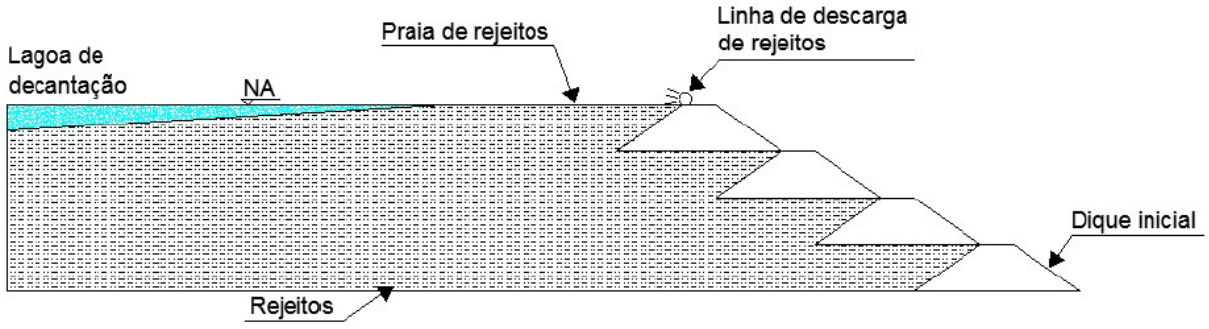



Figura 2.8 – Método de alteamento à montante. Adaptado de Vick (1990).

### 2.2.2 Barragens alteadas à jusante

O método de alteamento à jusante foi estabelecido como uma alternativa ao método de alteamento à montante, tendo em vista os riscos envolvidos neste. Neste método, os requisitos de projeto são muito semelhantes aos estabelecidos para barragens convencionais de água, possuindo o melhor histórico de estabilidade. De forma geral, o método de disposição consiste no alteamento fora do rejeito disposto, fazendo o alteamento do material à jusante da crista do dique inicial (Figura 2.9). Este processo desloca a linha central da barragem a cada etapa. O dique inicial é executado com material de empréstimo compactado, geralmente areias e pedregulhos, podendo conter no núcleo materiais mais finos para diminuir as infiltrações na barragem (EPA, 1994). Enquanto isso, os rejeitos são lançados à montante do dique construído. Cabe ressaltar que, no caso de material fino de baixa permeabilidade no núcleo, deve ser projetado um sistema de drenagem interna na barragem, de forma a manter a estabilidade da estrutura. Estes sistemas de drenagem e também os de filtragem podem ser estendidos conforme o processo e alteamento avança (Breitenbach, 2011). Algumas vezes este tipo de barragem também costuma ter uma camada de material de baixa permeabilidade no talude de montante (Mcleod; Bjelkevik, 2017).

Por serem alteadas sempre à jusante, a barragem se torna mais robusta que as barragens construídas com alteamento à montante. Assim, a principal vantagem deste método é o controle sobre o lançamento e compactação do material de alteamento, os quais nunca são apoiados sobre rejeitos soltos (Vick, 1990). Por outro lado, o consumo de material para aterro é de até 3 vezes maior que de barragens à montante, sendo também um tipo de estrutura mais onerosa em termos de quantidade de material, trabalhos de compactação e área ocupada para sua execução. Ainda que mais cara, é o tipo de alteamento mais utilizado em locais com alta

atividade sísmica devido sua maior estabilidade (Blight, 2009). Embora mais utilizada nestas situações, é recomendado que são ultrapassem 15 metros de altura e que sejam compactadas até altas densidades nestes locais, para minimizar as possibilidades de liquefação (Brawner; Campbell, 1973).

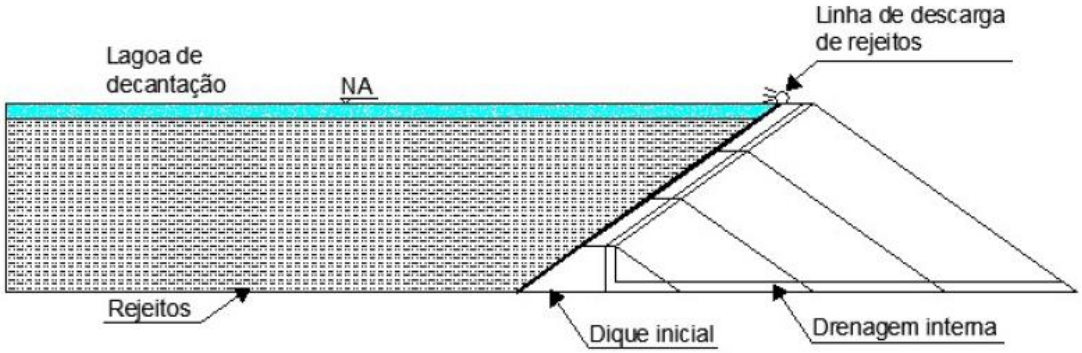



Figura 2.9 – Método de alteamento à jusante. Adaptado de (Vick, 1990).

### 2.2.3 Barragens de Linha de Centro

Como o próprio nome demonstra, as barragens construídas por alteamento por linha de centro são aquelas que mantêm a linha de centro do dique inicial conforme é elevada. O dique de alteamento é, então, apoiado sobre o dique anterior (à jusante) e sobre a praia de rejeitos (à montante) (Figura 2.10). Este tipo de barragem necessita uma menor quantidade de material para construção que as barragens alteadas à jusante e também são mais estáveis que as barragens à montante, sendo consideradas estruturas intermediárias (Mcleod, 2016). Neste método também podem ser empregados sistemas de drenagem na execução dos diques para controle de infiltrações e dissipação de poropressões (Vick, 1990). Assim como em barragens à jusante, uma importante desvantagem das barragens de linha de centro é que o pé externo (jusante) da barragem se movimenta conforme a barragem é alteada, gerando a necessidade e realocação de estradas de acessos e tubos de transporte de lama de rejeitos. Além disso, a estabilidade da estrutura é limitada e deve ter a execução da compactação dos diques muito controlada, uma vez que parte do dique de alteamento é construída sobre rejeitos não-consolidados (Engels, 2004). Como a proteção permanente do talude externo só pode ser realizada após o descomissionamento do depósito, devem ser tomadas medidas parciais preventivas de erosão hídrica e também geração de poeira em climas secos e ventosos.

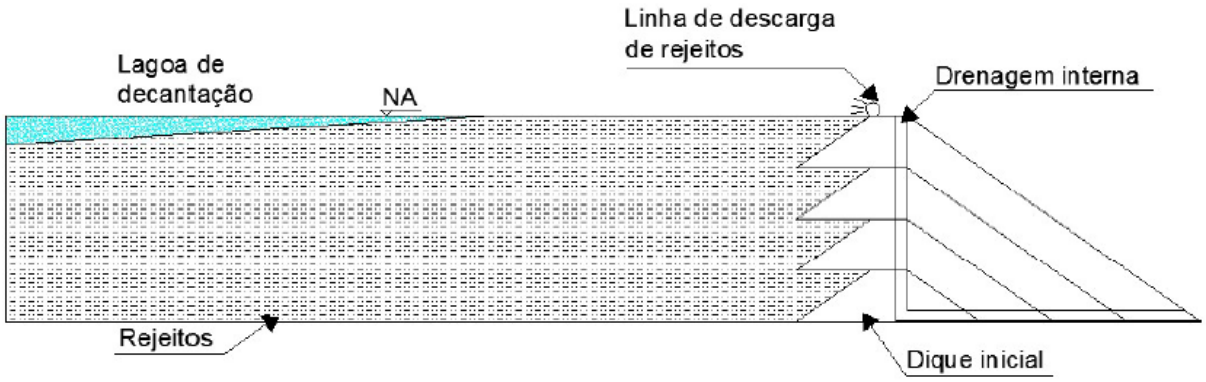



Figura 2.10 – Método de alteamento por linha de centro. Adaptado de (Vick, 1990).

### 2.2.4 Acidentes em barragens de rejeito e Drenagem Ácida de Mina

Inicialmente, é importante diferenciar acidentes de incidentes em barragens de rejeito. O artigo 2° da Resolução 144/2012 do Conselho Nacional de Recursos Hídricos (CNRH, 2012) considera acidente como o comprometimento estrutural com liberação do conteúdo contido no reservatório, de forma incontrolável, que foi causado por colapso total ou parcial da barragem ou estrutura anexa. O incidente, por sua vez, tem relação com qualquer ocorrência que venha a afetar o comportamento da estrutura, que pode causar um acidente, caso não seja controlado. O relatório de 2017 da Agência Nacional de Águas (ANA, 2017), registra 790 barragens de rejeitos no Brasil. Além disso, o mesmo relatório aponta que 204 apresentam potencialidade de dano alto, sendo passíveis de dano ao ambiente ou às pessoas. Acidentes em barragens de rejeito são problemas graves que ocorrem ao redor do mundo, registrando grande volume de material liberado e perdas de vida humana. A Figura 2.11 demonstra alguns acidentes relacionados às rupturas de barragens no mundo, resultando em uma perda de vida humana acumulada de cerca de 3000 pessoas. A ruptura de uma estrutura de contenção, como barragens de rejeitos de mineração, está normalmente seguida de um fluxo de lama de grande velocidade, que podem atingir vários quilômetros com consequências catastróficas. Grande parte dos acidentes em barragens são relacionados ao método construtivo, ao balanço hídrico na estrutura e à gestão de segurança, operação e manutenção.

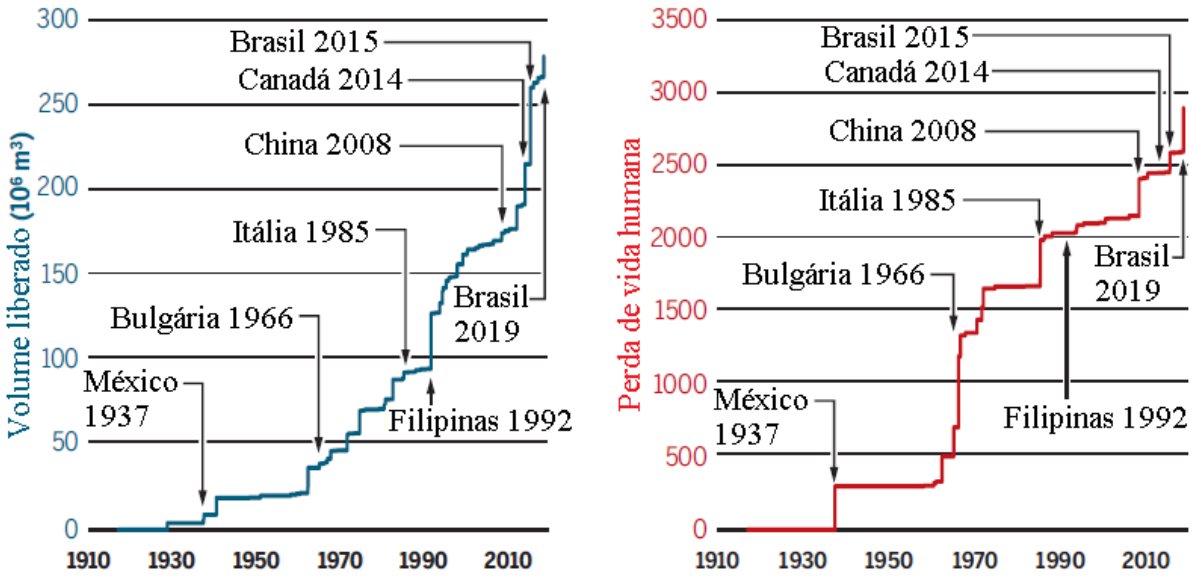



Figura 2.11 – Acidentes relacionados a rupturas de barragens ocasionando liberação de rejeitos (esquerda) e perdas de vida humana (direita). Adaptado de (Santamarina *et al.*, 2019).

Santamarina *et al*., (2019) revelam que as rupturas em barragens de rejeito podem ser relacionadas com vários tipos de mecanismos, incluindo galgamento por falta de manejo da água, ruptura por cisalhamento do solo de fundação e ruptura por cisalhamento de rejeitos de baixa permeabilidade depositados próximo ao perímetro da barragem (Figura 2.12). A liquefação de rejeitos contido pode sugerir que o problema está neste material. No entanto, quando não há colapso interno ou um cisalhamento induzido (por exemplo, por um evento sísmico), a liquefação e o fluxo de lama de rejeitos ocorrem após o rompimento da barragem. Ou seja, a liquefação do rejeito não causa a ruptura, mas sim o desastre resultante (Santamarina *et al.*, 2019). Apesar disto, a liquefação do material da barragem é considerada o mecanismo de ruptura mais frequente.

Os rejeitos de mineração são materiais normalmente saturados, com alta compressibilidade e baixa plasticidade, características típicas de materiais suscetíveis à liquefação. A poropressão do material aumenta rapidamente de forma a anular a tensão efetiva do material. Quando isto ocorre, o material perde a sua estrutura e comporta-se de forma parecida a de um fluido (Lambe; Whitman, 1991). O aumento da poropressão no material pode ser originado de forma estática (liquefação estática), como carregamentos em taludes instáveis, mudança do nível d'água, deformação de camadas inferiores e construção de novas estruturas de aterro, ou de forma dinâmica (liquefação dinâmica ou sísmica), onde o

evento pode ocorrer principalmente por terremotos, em locais com frequências de sismos, mas também por explosões de minas próximas ou movimento de equipamentos pesados.




Figura 2.12 – Mecanismos e processos relacionados à ruptura de barragens. Adaptado de (Santamarina *et al.*, 2019).

Considera-se que as barragens em operação possuem risco maior de falha do que as barragens desativadas, já que a oxidação e cimentação de rejeitos com o tempo diminui a susceptibilidade à liquefação (Rico *et al.*, 2008). No entanto, a barragem de Brumadinho (2019) rompeu após 3 anos de seu fechamento, deixando 270 vidas perdidas. Justamente a ruptura da barragem de Brumadinho, em conjunto com a da barragem do Fundão, em Mariana (2015), foram acidentes recentes que ganharam ampla atenção na mídia e no meio técnico e científico, devido aos grandes danos sociais e ambientais que foram gerados. Estima-se que a barragem do Fundão, que rompeu em 5 novembro de 2015, possuía cerca de 55 milhões de metros cúbicos de rejeitos de minério de ferro. Como consequência, a vila de Bento Rodrigues foi inundada, morreram 19 pessoas e o fluxo de lama alcançou mais de 600km ao longo do rio Doce, sendo considerado um dos piores acidentes ambientais da história do Brasil e um dos maiores do mundo (CNDH, 2017). A barragem do Fundão foi construída pelo método à montante (já discutido anteriormente) e teve sua ruptura causada por liquefação do material. Problemas relacionados ao estado fofo e saturação do material foram relatados, além de problemas de manutenção no dique inicial que teve o eixo da barragem deslocado na tentativa de melhoria da estrutura da barragem, resultando na construção sobre a lama de

rejeitos (Carmo *et al.*, 2017; Morgenstern *et al.*, 2016). Já a barragem 1 da Mina Córrego do Feijão-Brumadinho rompeu (Figura 2.13), segundo investigações, devido a deformações contínuas (*creep*) no material e a diminuição da resistência em uma zona insaturada causada por um intenso período de chuvas (Robertson *et al.*, 2019). Os mesmos pesquisadores ainda analisaram que a estrutura possuía problemas na sua inclinação, alto nível d'água e elevado peso do rejeito. Por também ser uma estrutura construída à montante, somado aos fatores acima mencionados, foram atingidas as condições necessárias a ocorrência de uma ruptura por liquefação estática, que resultou em 270 mortes e uma perda ambiental, cultural, histórica e econômica imensuráveis. Estes acidentes revelam a insuficiência do conhecimento sobre o comportamento mecânico dos rejeitos frente as diferentes formas de disposição do material.



Figura 2.13 – Barragem 1 do Córrego do Feijão após ruptura (Robertson *et al.*, 2019).

Um manejo sustentável de rejeitos de mineração, incluindo o de ouro, que possui metais pesados e sulfetos, é desafiador pela composição química complexa do material (Kiventerä *et al.*, 2019). Normalmente, os rejeitos de mineração são dispostos em barragens, conforme mencionado anteriormente. Quando o rejeito está em contato com o ambiente (água e oxigênio), minerais com enxofre como a pirita ($FeS_2$), arsenopirita (FeAsS) e pirrotita ($Fe_{1-x}S$) podem oxidar, gerando ácido sulfúrico (Park *et al.*, 2019). Então, o ácido produzido diminui o pH da água do meio, dissolvendo metais pesados dos minerais, gerando elementos perigosos no ambiente, como sulfatos e oxiânions, e até arsênio tóxico e carcinogênico (Ritcey, 2005; Wang *et al.*, 2017). Este processo é conhecido como Drenagem Ácida de Mina (DAM). Este fenômeno, associado ao alto volume de rejeitos liberados em uma ruptura de barragem pode ser extremamente catastrófico ao meio ambiente e saúde humana. Além disso, a DAM afeta o ambiente por um longo período, mesmo após o encerramento das atividades

na mina, sendo necessário o desenvolvimento de métodos para um processamento seguro a fim de atingir uma mineração mais sustentável no futuro (Park *et al.*, 2019; Ritcey, 2005).

### 2.2.5 Dry-stacking

A maioria dos tipos de disposição de rejeitos de mineração no mundo é do tipo de contenção. Estas estruturas, as barragens de rejeito, foram desenvolvidas para depositar rejeitos sob forma de lama, que contém cerca de 25 a 60% de sólidos, dependendo se algum processo é feito ou não antes da deposição (Davies, 2011). O rejeito sob forma de lama é o estado como ele se encontra ao final do processamento do minério, por isso é comum que seja disposto dessa forma em barragens. O uso de barragens de rejeito requer construção e manutenção de estruturas de contenção que suportem grandes quantidades de água. Além da operação complexa, o fechamento destas estruturas podem significar desafios em termos de processos físico-químicos e considerações geotécnicas (Davies, 2011). Sob uma perspectiva ambiental, o uso eficiente da água é cada vez mais visado, sendo um aspecto muito importante a ser analisado na mineração (Jewell; Fourie, 2015). Em estruturas de armazenamento de rejeito sob forma de lama, parte da água é perdida por escoamento ou evaporação.

Com a evolução dos métodos de desague (espessadores e filtros), os rejeitos sob forma de lama são hoje apenas uma parte do processamento do minério (Figura 2.14). O desenvolvimento de filtros de pressão e vácuo de alta capacidade permitiram a possibilidade de deposição de rejeitos sob forma insaturada, como por exemplo em estruturas autoportantes como pilhas de rejeitos secos (*dry stacking*). Além disso, estes processos de desague de rejeitos permitem aumentar o reaproveitamento de água. Em 2015, a aplicação de técnicas de desague de rejeitos já eram aplicadas em cerca de 50.000 toneladas métricas por dia, demonstrando melhoria de desempenho em projetos de larga escala de produção de minérios (Jewell; Fourie, 2015).

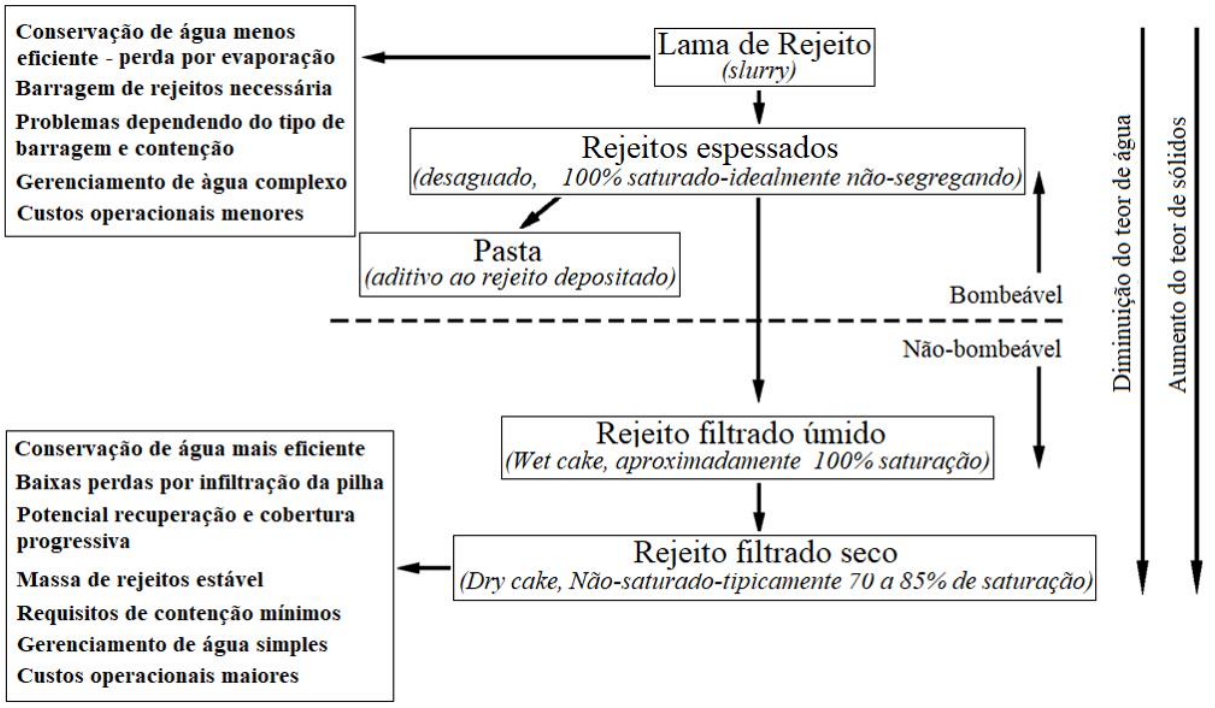



Figura 2.14 – Estado de rejeitos de mineração em relação ao teor de umidade incluindo a nomenclatura usual (Adaptado de Davies, 2011).

O processo de desague do rejeito consiste no bombeamento da lama até os espessadores, que são equipamentos com a capacidade de densificar a lama por meio da remoção da água de transbordo. Diferentes tipos de espessadores podem ser aplicados nesta fase, como os convencionais, os de alta densidade e os de cone profundo. Após, o material, que ficou com as características conhecidas como polpa, é filtrado. Este último processo é realizado pela aplicação de uma força nas partículas do rejeito contra um meio poroso, seja por gravidade, vácuo, pressão ou centrifugação. Este processo faz com que as partículas sólidas fiquem retidas nos filtros e a água seja recuperada para reutilização no processo de mineração.

O filtro prensa (Figura 2.15) é composto por diversas placas, posicionadas sequencialmente, revestidas por um material filtrante. A polpa de rejeito é então bombeada para o interior das placas, que são prensadas por ações de pistões. A água então infiltra no interior das placas e escoa por um sistema de drenagem. Após o final do processo, as comportas inferiores dos filtros são abertas onde o material sólido retido (torta de rejeito) é despejado para esteiras para disposição final. Outro tipo de filtro bastante conhecido é o filtro de disco à vácuo, que é composto por vários discos verticais filtrantes ligados paralelamente por um mesmo eixo em seus centros (Figura 2.16). Os discos giram ao redor deste eixo,

através da polpa de rejeitos, o ar livre e da região de descarga. Os discos recebem a polpa de rejeitos em seu interior, realizando o processo de filtragem de dentro para fora. Pelo lado de fora, existe um processo e sucção de forma a retirar a torta para calhas de descarga da torta antes que esta região (setor) do disco imerja na polpa novamente.



Figura 2.15 – Filtro prensa de fluxo horizontal (Grosso *et al.*, 2021).



Figura 2.16 – Filtro de discos (Hahn *et al.*, 2019).

Embora muito comum na literatura e em indicação de fornecedores, o processo de filtragem atinge até 15% de umidade. Entretanto esse valor alvo pode ser relativo. O teor de umidade final, portanto o "grau de filtragem", devem ter relação direta com critérios de projeto, características do material, geometria da pilha de rejeito, local, clima e outros. Por exemplo, a mina Escobal na Guatemala possui como umidade final um valor de 12 a 13%, devido aos riscos de sismos na região (Crystal *et al.*, 2018). Já na Austrália, na mina Alcoa

Operations, os mesmos autores observam que o teor de umidade alvo é de 30% (região árida) e na mina de Karara é de 15% (com base no ambiente, estrutura e geometria da pilha). Cacciuttolo Vargas; Pérez Campomanes (2022) verificaram a variação de 12 a 20% de teor de umidade em rejeitos de mineração de ouro, ferro e cobre filtrados no México, Estados Unidos, Turquia, Zâmbia, Austrália, Argentina, Peru e Chile. Davies (2011) relata, por meio da experiência em mais de 10 pilhas de rejeitos compactadas e mais várias testadas, que uma regra comumente seguida é atingir o teor de umidade ótimo da energia normal de compactação Proctor, conforme a norma americana ASTM D698 (ASTM, 2021). O autor ainda observou que este valor pode variar até 2% para baixo em climas úmidos e 1% acima em climas muito secos. Na mina de Cerro Lindo, na região andina do Peru, o teor de umidade alvo é de 15 a 17%, com objetivo de adicionar de 0 a 5% de cimento Portland antes de compactar o material (Lara *et al.*, 2011). Após estes processos de filtragem, independente de qual seja o tipo, o rejeito filtrado seco (torta de rejeitos) é carregado em caminhões (Figura 2.17), então transportado (Figura 2.18) para ser espalhado e compactado em pilhas (Figura 2.19). O controle de compactação é fundamental para garantia da densidade de projeto, podendo ser determinado por ensaios como frasco de areia, cilindro cortante, ou por densímetros nucleares (Figura 2.20).



Figura 2.17 – Carregamento do caminhão de transporte (Inci *et al.*, 2023).




Figura 2.18 – Caminhão realizando o transporte do rejeito de ouro filtrado (Inci *et al.*, 2023).



Figura 2.19 – Operações de espalhamento e compactação do rejeito de ouro filtrado (Inci *et al.*, 2023).



Figura 2.20 – Controle da densidade de compactação utilizando densímetro nuclear (Inci *et al.*, 2023).

Os primeiros registros de uso de disposição de rejeitos de mineração filtrados são do fim da década de 1980, na Greens Creek Mine, nos Estados Unidos (Caldwell; Crystal, 2015). Já no Brasil, uma das primeiras aplicações do método foram em rejeitos de mineração de ferro, na mina Pau Branco (Gomes *et al.*, 2016). De acordo com Gowan *et al.* (2010) e Ulrich *et al.* (2013), as estruturas de empilhamento dependem das condições topográficas do local, podendo ser caracterizados como piramidal (autoportante), *side hill* e *valley fill*.

Na mina de ouro de Efemçukuru, na Turquia, até o fim de 2021 cerca de 1,33 Mm³ de rejeitos filtrados foram dispostos, com tratamento de toda água coletada, sendo relatadas vantagens como economia de impacto ambiental por redução de espaço físico, consumo de água inferior e redução de riscos de rupturas (Inci *et al.*, 2023).

Em uma análise de ciclo de vida dos métodos de disposição (lama ou seco) de uma mina de ouro no oeste da Austrália, a redução de mudanças climáticas associadas ao processo (38%), de consumo de água (74%), ocupação de terra (51%) e redução de poeira na operação (50%) foram as principais vantagens da disposição a seco em relação a disposição em barragem, podendo ser considerado mais sustentável, para o caso estudado (Carneiro *et al.*, 2019). Aliado aos benefícios ambientais, Stockman *et al*. (2014) verificaram, por meio de uma análise de custo de vida, os dois métodos de disposição de rejeitos de mineração de ouro, com vantagem econômica da disposição a seco.

# 2.3 SOLOS ARTIFICIALMENTE CIMENTADOS

## 2.3.1 Melhoramento e estabilização química de solos

Com o objetivo de melhorar as propriedades geotécnicas e mecânicas de solos problemáticos (por exemplo, argilas moles, solos expansivos, solos dispersivos), diversas técnicas foram desenvolvidas. A construção sobre estes tipos de materiais pode resultar em diversos problemas, como deformações excessivas, rupturas generalizadas e instabilidade da obra. As principais aplicações da estabilização dos solos são em obras de infraestrutura (como bases e sub-bases de pavimentos), fundações, remediação de solos contaminados (item 2.3.2) e mais recentemente para a estabilização de aterros de rejeitos de mineração compactados. Um dos primeiros levantamentos sobre técnicas de melhoramento de solos foi realizado por Mitchell (1981). Atualmente, um dos tipos de melhoramento mais difundidos é a estabilização química ou por mistura. Segundo Terashi; Juran (2000), está técnica refere-se a adição de um agente cimentante (comumente cimento Portland ou cal) para melhoria das propriedades do solo, englobando neste grupo técnicas como o *Deep Soil Mixing* e a Estabilização em Massa. Assim, as propriedades são melhoradas por meio de troca iônica e reações cimentantes. Algumas das principais aplicações da estabilização química foram descritas por Mitchell (1981):

a. Preenchimento de vazios para diminuir recalques excessivos;
b. Ganho de resistência do solo sob estruturas existentes para prevenir movimentos em escavações adjacentes;
c. Controle de movimentos de massa durante operações em túneis;
d. Ganho de resistência para reduzir requisitos de suporte lateral;
e. Ganho de resistência frente a carregamentos laterais em estacas;
f. Estabilização de areias fofas quanto à liquefação;
g. Suporte de fundações;
h. Estabilização de taludes;
i. Controle de variação de volumes em solos expansivos;
j. Redução da dispersão dos solos.

Os principais mecanismos de funcionamento de estabilização utilizando cal e cimento Portland, os dois tipos de ligantes mais comumente utilizados, são similares. Em ambos os casos, o produto de reação principal é o gel de silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Para a formação deste gel, a cal precisa ter sílica disponível para reagir, oriunda dos argilominerais

ou de outras pozolanas. Segundo Mitchell (1981), a curto prazo, as reações com cimento Portland e cal consistem na reposição de cátions monovalentes adsorvidos pelo $Ca^{++}$, adsorção de Portlandita [$Ca(OH)_2$] pelas partículas, cimentação entre partículas e estabelecimento de um ambiente de alto pH (aproximadamente 12,4). Após, neste nível de pH ocorre a quebra da estrutura da argila, formando novos produtos cimentantes, em um processo que pode durar por anos.

Apesar do eficiente uso de ligantes convencionais, como o cimento Portland e a cal hidratada, devido a necessidade da diminuição do uso de recursos naturais e da diminuição da emissão de dióxido de carbono ($CO_2$), o uso de ligantes alternativos tem ganhado fundamental importância na engenharia civil e geotécnica. A composição destes ligantes alternativos consiste basicamente em resíduos e coprodutos industriais. Dentre os principais resíduos com ampla utilização na área da pesquisa e também em aplicações in situ podem ser citados: Escória Granulada de Alto Forno, Cinza Volante, Cal de Carbureto, dentre outros (Consoli *et al.*, 2019a; Nunes Lopes *et al.*, 2023). Estes materiais podem ser utilizados como pozolanas (pela presença de aluminosilicatos na composição). Materiais pozolânicos (ou pozolanas) são aqueles compostos por sílica e/ou alumina, que apresentam atividade cimentante quando aplicados com granulometria fina na presença de água, reagindo com a Portlandita ($Ca(OH)_2$) em temperatura ambiente, resultando em géis cimentantes similares aos da hidratação do cimento Portland (ABNT, 2015; ASTM, 2021). Em alguns casos, são utilizados ativadores químicos (altamente alcalinos) para facilitar/realizar a dissolução dos aluminossilicatos, conhecidos como ligantes alcalinos ou álcali-ativados (item 2.4).

#### 2.3.1.1. Efeito do teor de ligante e densidade de compactação

Um dos aspectos considerados fundamentais para o desenvolvimento da cimentação de solos é o teor de ligante empregado no processo de estabilização. É conhecido que o desempenho mecânico será melhor, quanto maior for teor de ligante aplicado. Porém, é extremamente importante avaliar qual teor de ligante resultará na resposta desejada para o projeto de estabilização, visando um projeto com menor consumo de ligante e, portanto, mais econômico e viável.

Alguns autores recomendam determinados teores de ligante de acordo com o tipo de solo a ser estabilizado. Mitchell (1981) recomenda o uso de 3 a 10% de cimento Portland por peso seco de solo para solos não plásticos e areias, bem como 3 a 8 % de cal por peso seco de solo, para solos finos plásticos e expansivos. A USACE (1984) relaciona a classificação de

solos da SUCS com o teor de ligante recomendado, com teor de cimento Portland iniciando em 5% para solos granulares e pedregulhosos e chegando até 11% para solos de alta compressibilidade. Para o sistema de classificação da AASHTO, o teor de cimento Portland por peso de solo seco também é relacionado com o tipo de solo (PCA, 1995). Neste caso, solos do grupo A-1-a iniciam com 3-5% até teores de 10-16% em solos do tipo A-7.

Diversos estudos recentes estudam os efeitos do teor de ligante na estabilização de rejeitos de mineração. Consoli *et al.* (2022b) utilizaram um teor de ligante entre 1 a 5% na estabilização de rejeitos de mineração de ouro filtrados, com base na experiência nacional e internacional em estabilizações em solo-cimento anteriores (Consoli *et al.*, 2007, 2016a; Mitchell, 1981). Os autores verificaram uma melhoria da resposta mecânica com o aumento do teor de ligante, com certo nível de cimentação observada para todos os teores de cimento Portland testados. Consoli *et al.* (2023) analisaram o comportamento mecânico de rejeitos de mineração de ouro cimentados para descomissionamento de barragens à montante. Os autores utilizaram teores de cimento Portland entre 0,5 a 12,5%, verificando que 1% de teor de ligante pode ser suficiente para evitar liquefação estática, já que alterou o comportamento do material, gerando poropressão negativa em ensaios triaxiais não-drenados. Chaves *et al.* (2023) utilizaram um teor de ligante entre 1,5 a 4,5% na estabilização de rejeitos de mineração de ferro filtrados, com base na experiência em estudos anteriores (Bittar Marin *et al.*, 2023; Carvalho *et al.*, 2023; Consoli *et al.*, 2022b). Os autores verificaram que um teor de 2,5% de cimento Portland alterou consideravelmente a resposta mecânica de rejeitos de mineração de ferro compactados, melhorando resistência, rigidez inicial e fragilidade. Levandoski *et al.* (2023) estudaram o uso de um ligante álcali-ativado na estabilização de rejeito de mineração de ouro empregando relações de rejeito/ligante de 85/15 e 75/25. Como resultado do programa estatístico realizado, os autores verificaram que o teor de ligante foi o fator com maior significância sobre a resistência à compressão não-confinada. Em aplicações práticas em minas no Chile e Peru, Cacciuttolo Vargas; Pérez Campomanes (2022) utilizaram de 0 a 5% de cimento Portland para a estabilização de rejeitos de mineração de ouro filtrados, resultando em melhorias nas propriedades geotécnicas do material após cimentação, bem como na operação da mina, tornando-se aterros mais estáveis em dias chuvosos e com menor emissão de poeira nos dias secos. Apesar destes estudos, não há alguma definição quanto à resistência mínima que o rejeito de mineração estabilizado deva atingir. Portanto, o estudo do teor de ligante atrelado à resistência obtida é fundamental para cada projeto em questão.

A densidade de compactação também é um fator estudado no processo de cimentação na estabilização de solos. Felt (1955) e Ingles; Metcalf (1972) verificaram a importância da densidade de compactação em diferentes solos artificialmente cimentados, sendo maior a resistência à compressão quanto maior a densidade. Pesquisas mais recentes do PPGEC/UFRGS relacionaram a resistência à compressão não-confinada resultante de solos artificialmente cimentados com a porosidade e peso específico aparente seco do material, sendo maior a resistência quanto menor a porosidade do corpo de prova (Consoli *et al.*, 2007, 2010, 2018b, 2019b, 2019a; Consoli; Lopes Jr.; Heineck, 2009; Consoli; Dalla Rosa, 2012; Consoli; Dalla Rosa; Saldanha, 2011). Estas pesquisas revelaram a importância do grau de compactação (GC) em campo no processo de cimentação de solos artificialmente cimentados. O GC pode ser determinado pela Equação 1.

$$GC(\%) = \frac{\gamma_{d-campo}}{\gamma_{d-máx}} \times 100 \quad (1)$$

Onde: $\gamma_{d-campo}$=peso específico aparente seco de campo; $\gamma_{d-máx}$=peso específico aparente seco máximo determinado no ensaio de compactação.

Tendo em vista que o conteúdo de ligante e a densidade de compactação são fatores chave no processo de cimentação, Consoli *et al.* (2007) propuseram uma metodologia de dosagem racional para solos artificialmente cimentados, através de um índice que relaciona a porosidade ($\eta$) com o teor volumétrico de cimento Portland ($C_{iv}$). O índice porosidade por teor volumétrico de cimento Portland ($\eta/C_{iv}$), ajustado por um expoente interno igual a 0,28 ajustou satisfatoriamente a resposta mecânica de um solo granular artificialmente cimentado, com um $R^2$ igual a 0,97 (Figura 2.21). O cálculo do índice ($\eta/C_{iv}$) pode ser dado pela Equação 2. Estes resultados sugerem que ao projetar uma estabilização é possível determinar qual teor de ligante a ser aplicado para uma dada energia de compactação, para que seja atingida a resistência de projeto. Em um estudo similar, foi introduzido o teor volumétrico de agente cimentante ($B_{iv}$), este utilizado quando o ligante empregado não é o cimento Portland (Winter, 2018).

Diambra *et al.* (2017) utilizaram expoentes de ajustes nos índices ($\eta/C_{iv}$) e ($\eta/B_{iv}$), determinados como coeficientes interno (a) e externo (b), pela sua posição na equação (Equação 3). Além disso, os autores relacionaram o valor dos expoentes de acordo com tipo de solo estabilizado, sendo comum o uso de um expoente interno (a) próximo a 0,28 para solos finos, enquanto que para solos granulares valores próximos a 1. O significado

matemático do valor do expoente está relacionado com a dependência de um tipo de solo ao teor de ligante, sendo maior o valor de (a), quanto maior a dependência de um tipo de solo à quantidade de ligante adicionada para desenvolvimento das reações. Já o coeficiente de ajuste externo (b) é resultante de um processo iterativo para ajuste da curva, a partir da definição do coeficiente (a). É possível observar também um escalar (A) na Equação 3, sendo este maior quanto maior for a resposta mecânica do material estabilizado.

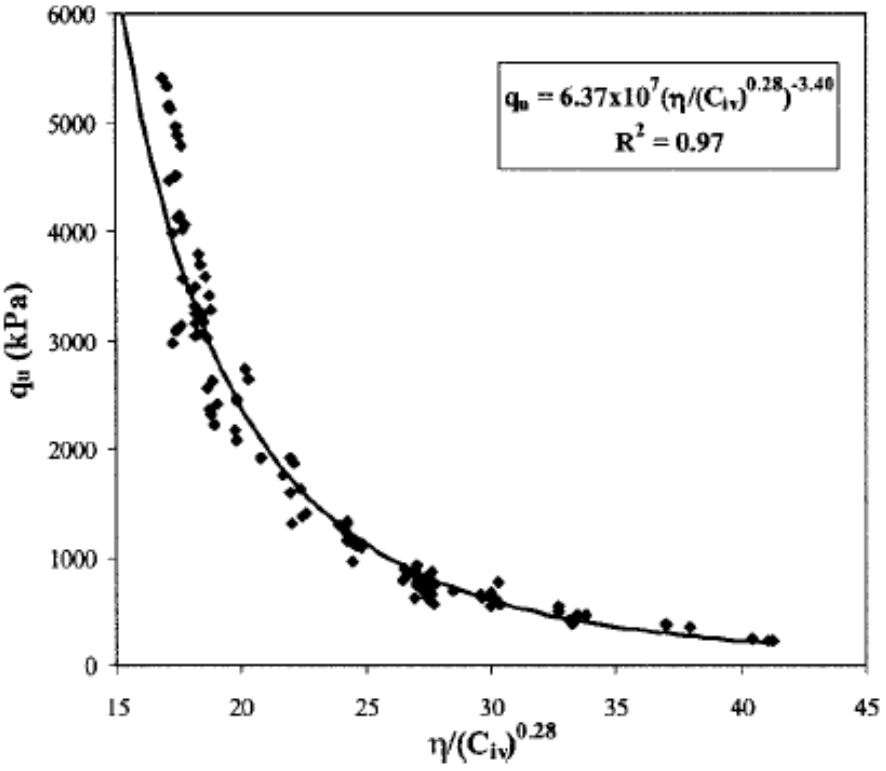



Figura 2.21 – Resistência à compressão não-confinada versus parâmetro η/$C_{iv}$ (Consoli et al. 2007).

(2) $$\frac{\eta}{C_{iv}} = \frac{\frac{V_v}{V_{total}}}{\frac{V_c}{V_{total}}} = \frac{V_v}{V_c}$$

(3) $$(qu; E50) = A\left[\frac{\eta}{(C_{iv}, B_{iv})^a}\right]^{-b}$$

Onde: $\eta$=porosidade; $C_{iv}$=teor volumétrico de cimento Portland; $V_v$=volume de vazios (água+ar) da amostra; $V_c$=volume de cimento da amostra; $V_{total}$=volume total da amostra; $B_{iv}$=teor volumétrico de ligante; A=escalar; a=coeficiente de ajuste interno; e b=coeficiente de ajuste externo.

### 2.3.2 Técnica de solidificação/estabilização (S/E) de contaminantes

Solidificação/estabilização (S/E) é uma técnica de manejo de resíduos contaminados antes da disposição em aterros. O método consiste na adição de um agente cimentante com principal objetivo de melhorar propriedades físicas e imobilizar contaminantes em uma matriz solidificada (Chen *et al.*, 2009). Metais pesados podem ser encapsulados no solo de duas formas através de S/E: física ou química. A primeira consiste no aprisionamento do contaminante dentro da matriz cimentada ou de forma adsorvida. Já na imobilização química, o cátion de metal pesado é ligado quimicamente na estrutura cimentante, obedecendo o equilíbrio químico do meio (Stronach *et al.*, 1997; Van Jaarsveld *et al.*, 1997).

Alguns autores verificaram o uso da técnica de S/E no encapsulamento de metais pesados em rejeitos de mineração. Embora muito utilizado como agente cimentante neste processo o cimento Portland convencional, este apresenta problemas ambientais em sua utilização, conforme abordado a seguir no item 2.4, ainda mais para uso nesta técnica que demanda quantidades elevadas de ligante. Logo, na sequência serão abordados alguns estudos que utilizaram ligantes alternativos na técnica de S/E. Ahmari; Zhang (2013) estudaram a técnica de S/E na imobilização de metais pesados de rejeitos de mineração de cobre. Ao ativar alcalinamente com hidróxido de sódio o rejeito de mineração, os autores verificaram uma estabilização efetiva de manganês (Mn), cobre (Cu), zinco (Zn) e molibdênio (Mo). Conforme destacado a seguir, pesquisas anteriores também demonstraram boa eficiência em rejeitos de mineração de ouro. Barrie *et al.* (2015b) utilizaram sílica vulcânica e argila calcinada rica em halloysita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$) na formação de um geopolímero. Como resultados, os autores observaram um encapsulamento efetivo de chumbo (Pb) e zinco (Zn), enquanto concentrações de arsênio (As) e cobre (Cu) lixiviados continuaram altas, mesmo após a geopolimerização. O alto teor de As lixiviado foi explicado pelo pH elevado imposto pelo processo de geopolimerização.

Kiventerä *et al.* (2018a) utilizaram um ligante álcali-ativado composto por escória de alto forno e metacaulim, ativados por silicato e hidróxido de sódio, para a estabilização de rejeito de mineração de ouro. A imobilização foi eficiente para os principais elementos perigosos, como cromo (Cr), cobre (Cu), níquel (Ni), zinco (Zn) e manganês (Mn). Além disso, os autores verificaram que para 28 dias de cura os resultados de imobilização foram superiores aos obtidos em 7 dias. Outros oxiânions – íons carregados negativamente contendo óxidos – potencialmente problemáticos como o arsênio (As), antimônio (Sb), boro (B) e vanádio (V) apresentaram reduções significativas das suas concentrações até níveis inferiores

aos permitidos para disposição em aterros. Já Kiventerä *et al.* (2019) utilizaram a técnica de S/E em rejeitos de mineração de ouro ricos em sulfatos, por meio da adição de um ligante denominado cimento de cálcio e sulfualuminato de belita, composto por reagentes puros (sulfato de cálcio ($CaSO_4$), óxido de cálcio (CaO), óxido de alumínio ($Al_2O_3$), dióxido de silício ($SiO_2$) e óxido de ferro ($Fe_2O_3$)). Os autores obtiveram redução da concentração de metais pesados perigosos, incluindo de arsênio (As) e vanádio (Va), principalmente por razão de um encapsulamento físico resultante da formação da estrutura de etringita.

## 2.4 ATIVAÇÃO ALCALINA E CIMENTOS ÁLCALI-ATIVADOS

O conceito de um cimento álcali-ativado, ou alcalino, consiste em uma substância com propriedades cimentantes, que surge através de reações químicas após a mistura entre um material precursor e um material ativador, processo conhecido como álcali-ativação. O primeiro deles consiste basicamente em materiais silicatos, com alto teor de cálcio, ou aluminossilicatos. O segundo é um material alcalino que reage quimicamente com o precursor formando o composto cimentante.

O uso do cimento alcalino utilizando resíduos industriais surge como uma alternativa ao uso do cimento Portland devido ao seu convencional processo de fabricação, que, como já referido nessa tese, apresenta um pesado impacto ambiental devido aos elevados teores de emissão de gases, principalmente de dióxido de carbono ($CO_2$). Apesar de várias medidas para redução da produção de $CO_2$ terem sido desenvolvidas pela indústria cimenteira, o processo de redução é dificultado. A maioria da emissão de $CO_2$ provém da calcinação do calcário para fabricar o clínquer. Além disso, a produção do cimento Portland envolve altos níveis de consumo energético (Chen *et al.*, 2025; Sousa; Bogas, 2021). Davidovits (1991) relata que a produção de 1ton de cimento Portland gera 0,55ton de $CO_2$, e necessita combustão de carvão como combustível, emitindo mais 0,4ton de $CO_2$, o que, simplificadamente, resulta dizer que cerca de 1ton de $CO_2$ é produzida para fabricar 1ton de cimento Portland. Segundo Talaei *et al.* (2019), a indústria do cimento é responsável pela emissão de 9% do $CO_2$ do mundo. Portanto, é relatado como benefício dos cimentos alcalinos em relação ao cimento Portland menor emissão de $CO_2$ na fabricação, com valores de 60 a 80% de redução (Barbosa *et al.*, 2000; Davidovits, 1991; Ricciotti *et al.*, 2020). Robayo-Salazar *et al.* (2018) analisaram que o Potencial de Risco Global por emissão de $CO_2$, avaliado por análise de ciclo de vida, de um concreto álcali-ativado diminuiu em 44,7% em relação ao concreto de cimento Portland de resistência equivalente. Os mesmos observaram

ainda que a produção dos ativadores são os principais responsáveis pela emissão de $CO_2$ do cimento álcali-ativado, podendo os precursores serem resíduos industriais.

Além disso, outras características são interessantes para aplicação de cimentos alcalinos, como suas boas propriedades mecânicas, com bom desempenho em relação ao cimento Portland, bem como boa resistência a ataque por sulfatos e ácidos (Aiken *et al.*, 2022; Mangat; Khatib, 1993; Rollings *et al.*, 1999).

### 2.4.1 Origem dos Cimentos Alcalinos

Para entender a história do cimento alcalino, podem ser abordados dois diferentes cenários geográficos em que seu desenvolvimento foi iniciado, quase que de forma paralela.

No ocidente, o primeiro registro documentado é de 1895, com uma patente registrada por Jasper Whiting, em Chicago, Illinois, nos Estados Unidos, onde foi patenteado um cimento alcalino criado com escória de alto forno granulada e hidróxido de sódio, em mistura com cal hidratada (Whiting, 1895). A utilização de escória de alto forno como material percursor também foi estudada e patenteada por Hans Kühl, em 1908. Kühl utilizou a escória de alto forno ativada por soluções de hidróxido de potássio (Kühl, 1908). Um terceiro exemplo da história do cimento alcalino no ocidente foi o denominado *Purdociment*. Este cimento foi desenvolvido na Bélgica por Arthur Oscar Purdon, em 1940, onde foram estudadas diversas escórias de alto forno ativadas por hidróxido de sódio, utilizando também combinações de hidróxido de cálcio e sais de sódio (Purdon, 1940). Foi fabricado e vendido industrialmente, tendo sido utilizado em algumas construções belgas. No fim da década de 1970, na França, o químico Joseph Davidovits ficou conhecido pelo desenvolvimento de ligantes com utilização de metacaulim, como material precursor, e de soluções alcalinas como ativadores, sendo estas misturas denominadas por ele como Geopolímeros, fundando em 1979 o *Geopolymer Institute*, ou Instituto de Geopolímeros (Davidovits, 1979). Alguns autores especulam que a conjuntura política da época e venda de patentes fez com que os avanços em cimentos alcalinos fossem reduzidos até a década de 1980 no mundo ocidental.

Já no oriente, no período pós-guerra, foi necessária uma busca por materiais cimentantes alternativos ao escasso cimento Portland. Na antiga União Soviética, Victor Glukhovsky se tornou uma referência em estudos de cimentos alcalinos utilizando precursor de baixo ou zero teor cálcico em soluções com metais alcalinos na década de 1950, chamados por ele de *Soil Cements* (Glukhovsky, 1959). Na década de 1980, Pavel Krivenko analisou a formação de materiais álcali-ativados, na qual a formação de produtos de hidratação de

aluminossilicatos seria análoga a formação de minerais naturais de zeolitas e micas (Krivenko, 2017).

## 2.4.2 Composição dos cimentos alcalinos

Os componentes de um cimento álcali-ativado estão esquematizados na Figura 2.22.

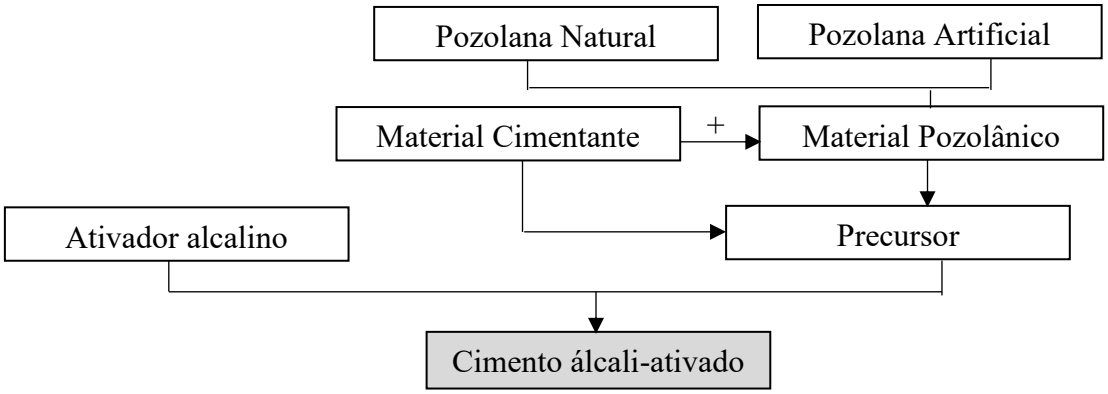



Figura 2.22 – Composição dos cimentos alcalinos (elaborado pelo autor).

Os ativadores alcalinos são geralmente sais ou hidróxidos alcalinos. O material principal é um elemento químico dos grupos 1 (exceto hidrogênio) e 2 da tabela periódica, isto é, os metais alcalinos e metais alcalinos terrosos, representados aqui genericamente pela letra M. Alguns autores (Glukhovsky *et al.*, 1980; Shi *et al.*, 2006) classificaram os ativadores alcalinos em seis grupos:

1) Hidróxidos alcalinos (MOH);

2) Sais de ácidos fracos ($M_2CO_3$, $M_2SO_3$, $M_3PO_4$, MF);

3) Silicatos ($M.SiO_2$);

4) Aluminatos ($M_2O.nAl_2O_3$);

5) Aluminossilicatos ($M_2O.Al_2O_3.(2\text{-}6)SiO_2$;

6) Sais de ácidos fortes ($M_2SO_4$).

Como precursor, podem ser utilizados materiais cimentantes, pozolânicos ou mistura de ambos. Como material cimentante estão aqueles materiais que possuem capacidade aglomerante, como o cimento Portland, cimento de aluminato cálcico e escórias de alto forno.

O material pozolânico, ou pozolana, é definido nacionalmente pela NBR 12653 (ABNT, 2015) e internacionalmente pela C125 (ASTM, 2021) como aquele material que possui em sua composição sílica e/ou alumina, que não possuem ação aglomerante por si, mas

que, em presença de água e finamente moídos, reagem com hidróxido de cálcio em temperatura ambiente formando compostos cimentantes, de forma análoga aos produzidos no processo de hidratação do cimento Portland (ABNT, 2015; ASTM, 2021). Este processo de formação de compostos cimentantes é conhecido como reação pozolânica. A NBR 12653 (ABNT, 2015) divide ainda as pozolanas entre naturais e artificiais. As primeiras são aquelas de origem vulcânica, possuindo normalmente um caráter petrográfico ácido, com composição de mais de 65% de $SiO_2$, ou ainda aqueles materiais de origem sedimentar com atividade pozolânica, como por exemplo zeólitas naturais. Já as pozolanas artificiais são materiais produzidos em processos industriais, ou ainda produtos de tratamento térmico com atividade pozolânica, como por exemplo metacaulim, cinzas de casca de arroz e cinzas volantes.

O cimento pozolânico pode ser considerado aquele que é constituído de uma pozolana e cal, que, em certos níveis de pH, fazem a dissolução da Portlandita ($Ca(OH)_2$), material considerado de baixa solubilidade. Já cimentos alcalinos são produzidos em valores de alcalinidade muito mais altos (valores de pH muito mais altos), já que se trabalha com $Ca(OH)_2$ e sais de hidróxidos e silicatos alcalinos, sais de óxidos fortes e fracos, os quais possuem baixa solubilidade. Também contém cátions de sódio, potássio, que participam dos produtos de reações cimentantes, modificando os silicatos de cálcio hidratados (C-S-H) tradicionais de cimentos Portland, através de reações diferentes.

#### 2.4.2.1 Escória granulada de alto forno

Escória de alto forno (EAF) é um coproduto do alto forno utilizado na produção de ferro. A EAF tem uma grande aplicação em diferentes áreas da engenharia civil, desde o século XIX até hoje, apresentando interessantes resultados de aplicações em termos de custos e ambientais (Netinger Grubeša *et al.*, 2016; Yuksel, 2018). No alto forno é adicionado minério de ferro, coque e calcário sob temperatura de operação elevada (aproximadamente 1500°C). Neste processo, o minério de ferro adicionado é reduzido a ferro, enquanto que um material residual forma uma escória que flutua no topo do ferro (Figura 2.23). Neste momento, a escória está sob alta temperatura. Se for resfriada ao ar, caso em que é disposta no estado líquido em local apropriado para resfriamento lento ao ar, forma diferentes cristais, que não apresentam alta capacidade como aglomerante hidráulico; se resfriada rapidamente, caso em que é transportada em forma líquida até granuladores onde é resfriada sob jatos de água pressurizada, forma uma estrutura amorfa (vítrea), pois não há tempo suficiente para formação de cristais. No segundo caso, a estrutura torna-se granulada – com granulometria

similar à de uma areia grossa – com alta capacidade como aglomerante hidráulico quando moída. Este material é denominado escória granulada de alto forno (EGAF).

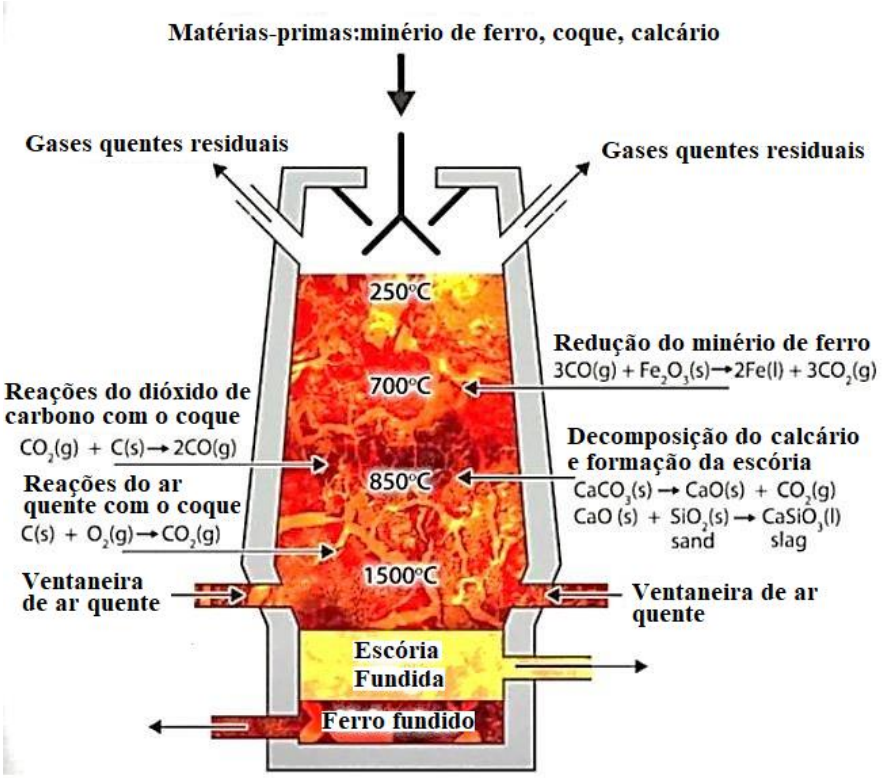



Figura 2.23 – Processo de fabricação de ferro gusa originando a escória de alto forno (Adaptado de Volkov-Husović *et al.*, 2022)

A composição da EAF e da EGAF consiste em silicatos e aluminossilicatos de cálcio, de forma dependente das matérias-primas utilizadas no processo. A EGAF, tipicamente apresenta alto teor de cálcio, fornecido pelo CaO (entre 31 a 46%), seguido de $SiO_2$ (30 a 40%), $Al_2O_3$ (6 a 18%) e MgO (2 a 18%) (Mangat; Lambert, 2016).

A EGAF apresenta propriedades cimentantes e pozolânicas, sendo um objeto de estudo em várias pesquisas sobre o seu efeito na resistência de concretos e argamassas (Yuksel, 2018) e também na estabilização de solos (Netinger Grubeša *et al.*, 2016; Nunez, 2022). Apesar disso, apresenta baixa produção de calor durante o processo de hidratação, portanto um processo de hidratação lento (Netinger Grubeša *et al.*, 2016; Wang *et al.*, 2020). Assim, para melhoria do processo, normalmente é necessário um ativador químico que acelere sua taxa de hidratação, sendo o mais comum o cimento Portland (Song *et al.*, 2000). Neste caso, a ativação da escória ocorre pela Portlandita, produto de reação do cimento Portland, através da dissolução da fase vítrea da EGAF pelos íons OH- presentes no meio, liberados na hidratação do cimento Portland (Häkkinen, 1993; Özbay *et al.*, 2016). A reação

da EGAF com hidróxido de cálcio forma silicato de cálcio hidratado (C-S-H) como produto de hidratação, sendo este um ponto importante para imobilização de metais pesados no processo de S/E (item 2.3.2) (Wang *et al.*, 2020). Como possui óxido de alumínio em sua composição, outro produto de reação possível é o sílico-aluminato de cálcio hidratado (C-A-S-H) e sílico-aluminato de sódio hidratado (N-A-S-H), quando ativado por alcalinos sódicos (Figura 2.24). Por suas características de reatividade e composição citadas, a EGAF é um material apropriado para uso como precursor em materiais álcali-ativados (Krivenko, 2014; Mangat; Lambert, 2016).

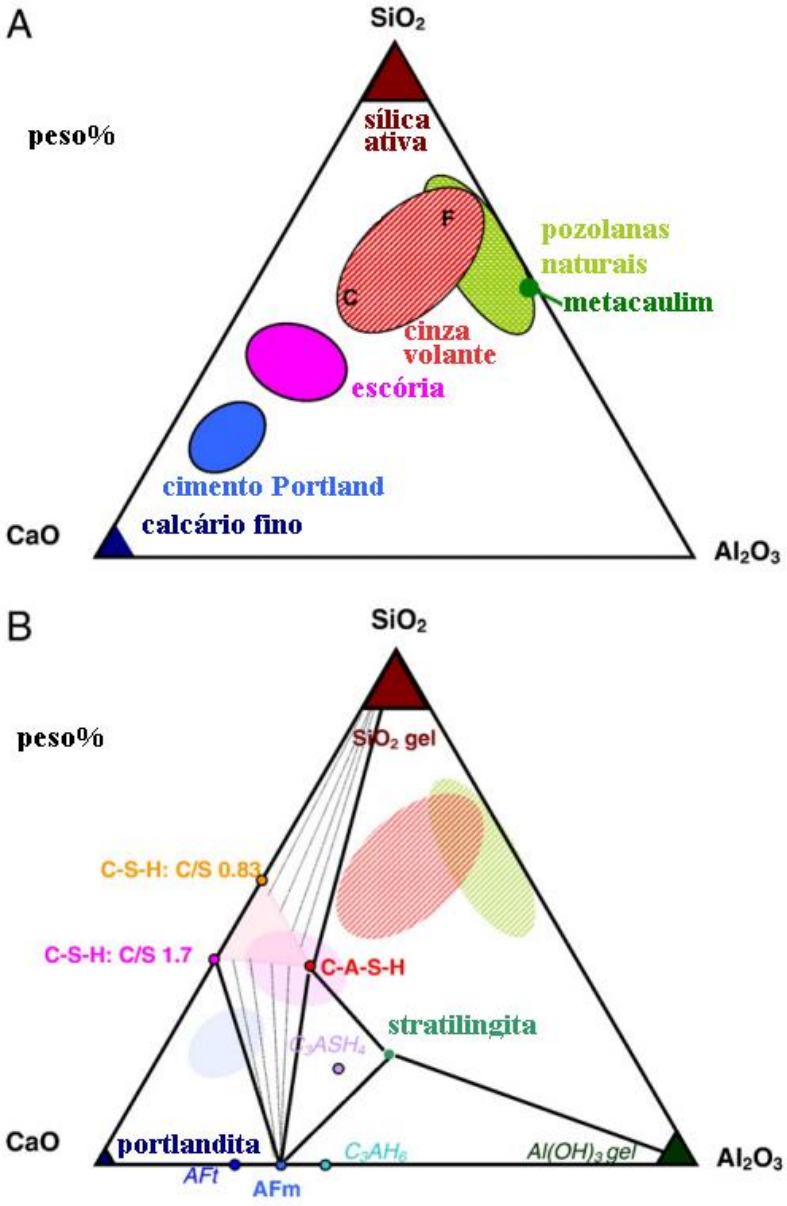



Figura 2.24 – Diagrama ternário de materiais cimentantes (Adaptado de Lothenbach *et al.*, 2011).

2.4.2.2 Silicato de Sódio como ativador alcalino

O silicato de sódio receberá neste tópico uma atenção especial, por ser um dos materiais utilizados na ativação alcalina estudada.

O silicato de sódio é um produto químico comercializado em pó ou líquido, amplamente utilizado na indústria, como, por exemplo, na proteção de tubulações de tratamento de água, formulações de detergentes, defloculante, sintetizador de zeolitas e aditivos aceleradores de cura para cimento. O silicato de sódio possui composição geral $mNa_2O\ nSiO_2$, onde n e m são apresentados de formas genéricas, pois podem variar de acordo com a relação entre os óxidos. Essa relação n/m é conhecida como módulo. O composto é obtido por meio de fusão alcalina de uma areia silicosa, com composição de $SiO_2$, e carbonato de sódio, com composição de $Na_2CO_3$, de acordo com a Equação 4.

$$Na_2CO_3 + n \cdot SiO_2 \rightarrow n \cdot SiO_2 \cdot Na_2O + CO_2 \quad (4)$$

Basicamente, o processo consiste na mistura entre o carbonato de sódio e areia silicosa mecanicamente, com posterior aquecimento (1200-1400°C), levando os materiais a fusão. Logo após é realizada a dissolução do produto com pressão de vapor e água, obtendo solução aquosa de silicato de sódio (Silva, 2011). Fawer *et al*. (1999) esquematizaram a produção de cinco diferentes silicatos de sódio que podem ser encontrados na indústria (Figura 2.25).

Outra interessante forma de se obter o silicato de sódio de forma alternativa é utilizando um resíduo, como a cinza de casca de arroz, por meio de uma lixívia alcalina, o que pode diminuir ainda mais o impacto ambiental da produção de um cimento alcalino (Ferreira, 2013). O silicato de sódio é um material que foi estudado por diversos autores ao longo da história dos cimentos alcalinos como um potencial ativador alcalino. Das principais conclusões reportadas são o rápido endurecimento e altas resistências à compressão obtidas a partir de ativações alcalinas por silicato de sódio (Brough; Atkinson, 2002; Nematollahi *et al.*, 2015; Wang; Scrivener, 1995). Apesar disso, alguns problemas também são frequentemente relatados, como rápida pega que causa uma perda precoce de trabalhabilidade de argamassas ou concretos, podendo ser obstáculo para aplicações práticas (Caijun; Yinyu, 1989; Fernández-Jiménez *et al.*, 1999; Wang *et al.*, 1995).

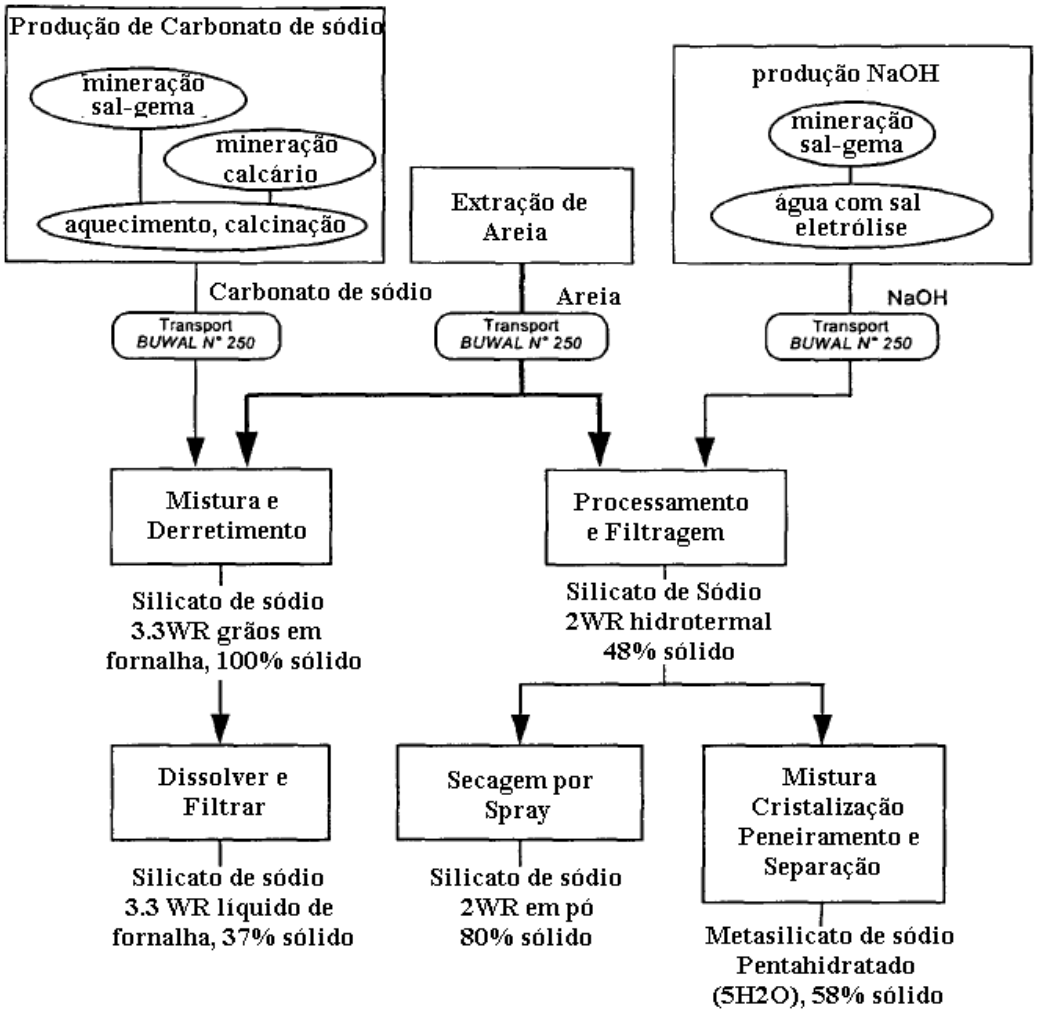



Figura 2.25 – Fluxo esquemático da produção de cinco diferentes silicatos de sódio (Adaptado de Fawer *et al*., 1999).

## 2.4.3 Modelos de ativação alcalina

### 2.4.3.1 Modelos Conceituais de Geopolimerização

O processo de geopolimerização depende da nomenclatura adotada. Para alguns autores, até mesmo para o RILEM (*International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures*), a geopolimerização é uma ativação alcalina, com a particularidade de conter baixo ou zero teor de cálcio reativo, considerando os geopolímeros como um grupo de materiais álcali-ativados, que possuem a particularidade de possuir alta concentração de Al e baixa de Ca (Figura 2.26).

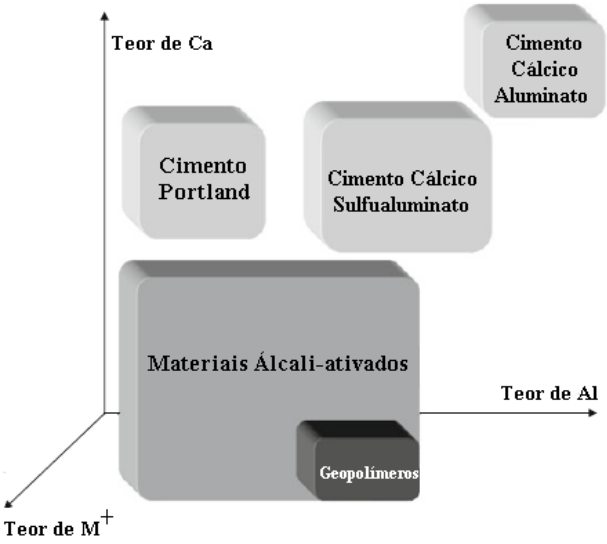



Figura 2.26 – Tipos de ligantes (Adaptado de Provis; Van Deventer, 2014).

Logo, dessa forma, consiste no uso de um material precursor e um ativador alcalino, onde neste meio ocorrem reações de polimerização por condensação, capazes de solidificar o material tendendo a cristalizar. Já para o *Geopolymer Institute* são processos diferentes, onde a origem do material geopolímero parte da observação da similaridade dos tetraedros de $CH_4$ e $SiH_4$, sendo o polímero orgânico Polietileno similar ao polímero inorgânico de Si, o Polisileno.

O primeiro modelo de geopolimerização foi proposto por Glukhovsky, na década de 1950, explicando o mecanismo para ativação alcalina de materiais, compostos principalmente de sílica e alumina reativas (Duxson *et al.*, 2007). O modelo divide o processo em três etapas: (1)Destruição-coagulação: dissolução de aluminosilicatos amorfos por hidrólise alcalina resultando em espécies iônicas de Si e Al coloidais, altamente reativo; (2)Coagulação-condensação: coagulam por polimerização, com precipitação do gel e perda de água; (3)Condensação-cristalização: alto grau de polimerização, tendendo a cristalizar em busca de estabilidade termodinâmica (Glukhovsky, 1959).

Com base no modelo proposto por Glukhovsky, diversos outros foram criados, como o de Ana Fernández, modificado por Duxson *et al.* (2007). Duxson *et al.* (2007) criaram um modelo conceitual de geopolimerização (Figura 2.27), utilizando cinza volante, ou seja, com ausência de $Ca^{2+}$, que pode ser resumido em quatro fases:

1) Dissolução de aluminossilicato em meio alcalino;

2) Formação do gel 1, onde aluminatos dissolvem mais rápido;

3) Formação do gel 2, rico em silicatos onde se desenvolvem as propriedades ligantes do cimento;

4) Polimerização e endurecimento, onde o material condensa ainda mais por polimerização e tendem a cristalizar.

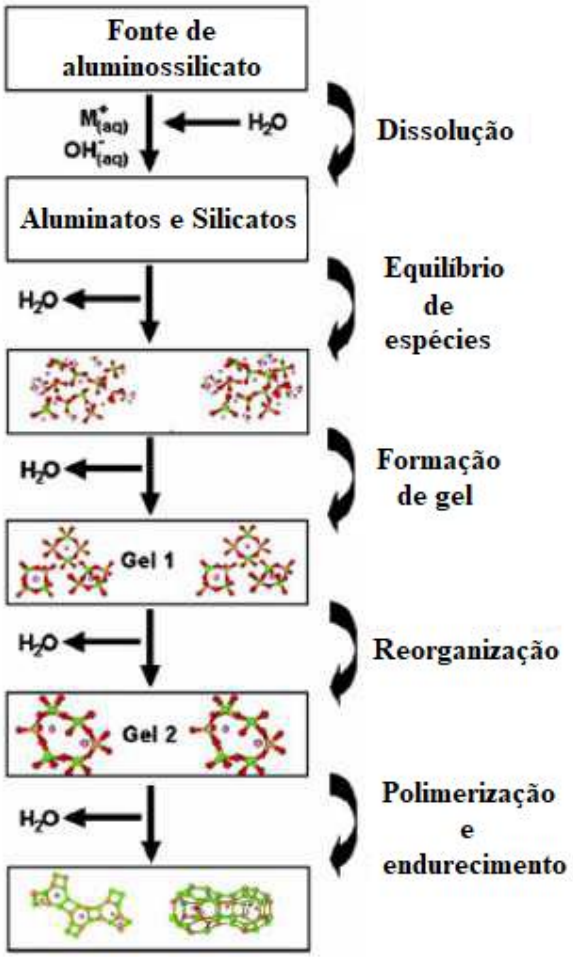



Figura 2.27 – Modelo conceitual de geopolimerização (Adaptado de Duxson *et al.*, 2007).

Outro modelo com base no modelo preliminar de Glukhovsky é o de Davidovits (1979), que define que a partir de um material aluminossilicato (com ausência de cálcio reativo) e submetido a um ativador alcalino, o alumínio primeiramente parte para uma estrutura tetraédrica, por meio de ligações covalentes, e que podem polimerizar e formar estruturas tridimensionais, lineares, bidimensionais, diferentes do ponto de vista nanoestrutural (processo de polimerização por condensação).

Ligantes formados a partir de sílico aluminatos com baixo ou zero teor de cálcio reativo, por exemplo cimento de metacaulim ativado alcalinamente, tem como produto

principal de reação o gel aluminossilicato de sódio hidratado (N-A-S-H) e aluminossilicato de potássio hidratado (K-A-S-H), com composição dependente do ativador, tendo junto a si a formação secundária de zeolitas.

#### 2.4.3.2 Modelos com elevados teores de cálcio

Ligantes formados a partir de sílico aluminatos com alto teor de cálcio reativo, por exemplo um cimento de escória de alto forno ativado alcalinamente, têm como produto principal de reação géis C-S-H/C-A-S-H (sílico aluminato cálcico hidratado), C-(N)-A-S-H (sílico aluminato cálcico/sódico hidratado), resultantes do precursor contendo Si, Al, Ca, ativados por sais, como NaOH, KOH, silicato de sódio. Esse gel pode formar diferentes tipos de estruturas, com produtos secundários de materiais carbonatados, como carbonato de cálcio e hidrotalcitas, dependendo do material ativador. O processo de reação se dá pela hidratação alcalina, gerando um processo de polimerização por condensação.

Grande parte dos estudos ao longo dos anos para sistemas com altos teores de cálcio se deu em escórias de alto forno, porém a formação de géis do tipo C-A-S-H e C-(N)-A-S-H são relatados para outros materiais (Brough; Atkinson, 2002; Fernández-Jiménez; Palomo, 2003; Lotero, 2020).

### 2.4.4 *One-part Alkali-activation*

Um espaço maior de estudos está concentrado nos geopolímeros considerados convencionais, os *two-part geopolymers*, ou geopolímeros de duas partes, que são compostos por um precursor aluminossilicato e uma solução aquosa (líquida) de um hidróxido, silicato, carbonato ou sulfato alcalinos, logo duas partes em adição à água. Apesar disso, sabe-se que a utilização e atividades manuais relacionadas às soluções alcalinas ativadoras viscosas, corrosivas e perigosas se tornam pouco práticas, principalmente em grandes quantidades, inserindo a necessidade do uso de geopolímeros por meio da técnica de *One-part Alkali-activation*, ou ativação alcalina em uma parte, também conhecida como "*Just add water"*, ou "Basta adicionar água" (Luukkonen *et al.*, 2018). Nesse caso, a aplicação é parecida com a do cimento Portland, a qual apenas um material em pó seco (cimento alcalino) é misturado a água formando a pasta, podendo passar por um processo de calcinação após mistura seca do ativador com o precursor, caso necessário (Figura 2.28).

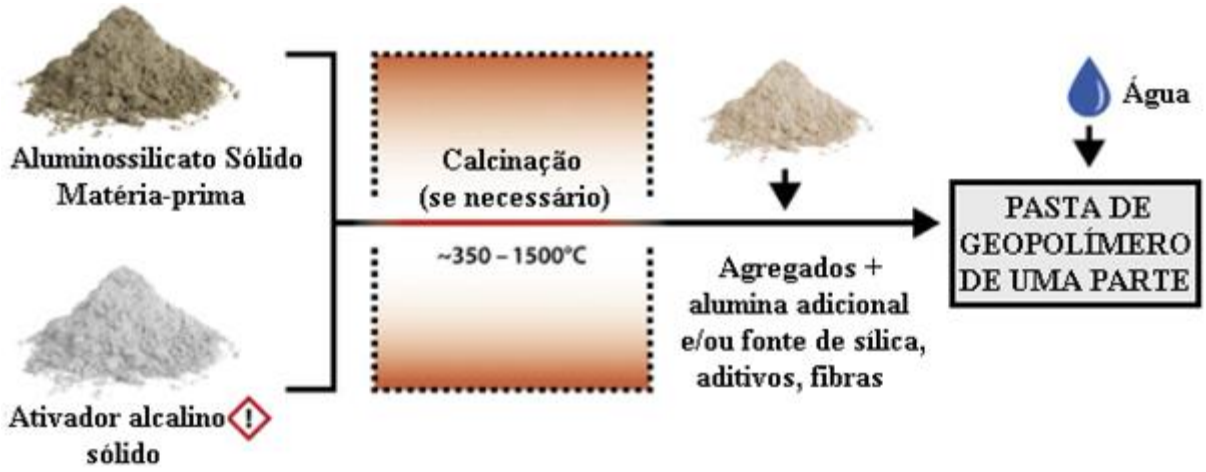



Figura 2.28 – Processo de álcali-ativação em uma parte (Adaptado de Luukkonen *et al.*, 2018).

O histórico de uso da ativação alcalina de uma parte foi descrito por Luukkonen *et al.* (2018), que revisa diversos pesquisadores que dedicaram estudos a esta técnica. Purdon (1940) estudou o uso de escória e hidróxido de sódio sólido misturados à seco, com posterior adição de água para formação da pasta. Além disso, diversas patentes foram registradas ao longo dos anos por diversos autores (Davidovits, 1994; Heitzmann *et al.*, 1987; Schwarz; Lerat, 1994), utilizando diferentes materiais: Heitzmann; Fitzgerald; Sawyer (1987) utilizaram metacaulim, escória de alto forno, sílica amorfa, hidróxido e silicato de potássio, misturados à seco, além da adição de cinza volante, xisto calcinado ou argila calcinada, podendo ainda ser adicionado cimento Portland antes da adição de água, formando um cimento híbrido; Schwarz; Lerat (1994) partiram da desaluminização da cinza volante ou do metacaulim para formar uma sílica amorfa, formando uma mistura à seco geopolimérica com ácido sulfúrico ou clorídrico; Davidovits (1994) criou um geopolímero por álcali-ativação misturado à seco através da mistura de um aluminossilicato óxido com alumina na coordenação IV-V, como metacaulim, com silicato de potássio ou sódio e escória.

Duxson; Provis (2008) relataram que os cimentos Portland possuem predominantemente silicatos de cálcio reativos, com os constituintes corretos para que sejam fornecidos os compostos suficientes para reagir a uma dada quantidade de água, sendo a dissolução de um cimento Portland determinada pela sua composição química e finura das partículas. O cálcio presente no cimento Portland está em quantidade o bastante para realizar a despolimerização do silício, dando uma rápida dissolução inicial em comparação com escórias ou cinzas volantes, sendo estas conhecidas por proporcionar propriedades em longo

prazo, já que não reagem enquanto o pH não sobe o suficiente para que possam contribuir com a hidratação do cimento. A partir dessa análise, os mesmos autores apresentaram uma possibilidade de abordar a composição ideal de um cimento Portland em termos de silicato de cálcio, para a fabricação de um cimento alcalino misturado a seco, com composição básica de aluminossilicato.

Assim como nos cimentos Portland, os atuais cimentos alcalinos misturados a seco, são materiais finamente moídos, o que concede ao cimento uma alta e rápida reatividade, apesar de sua cinemática ainda ter controle limitado, necessitar uma alta quantidade de água para reações e apresentar problemas reológicos (Rees, 2007). Duxson; Provis (2008) também apresentaram três principais caminhos para que sejam elaboradas sílicas que favoreçam a geopolimerização, todas com base no correto equilíbrio entre os componentes em cada etapa de produção de um cimento geopolimérico. Em resumo, o fator mais importante abordado é a necessidade da escolha das matérias-primas para a geopolimerização, capazes de controlar as taxas de dissolução das fases amorfas. Isto pode ser atingido pela otimização da adição de cátions ($Ca^{2+}$, $Mg^{2+}$, $Na^{+}$, $K^{+}$) que possam realizar as quebras durante a síntese do precursor. Pela metodologia de síntese padrão do precursor, é possível que seja gerado um material de estrutura amorfa com composição necessária para permitir a síntese do geopolímero por meio do método de ativação alcalina de uma parte.

Estudos anteriores estabilizaram rejeitos de mineração de ouro por diferentes ligantes alcalinos, obtendo resistências a compressão não confinada satisfatórias em relação a ligantes convencionais, porém os ligantes utilizados usaram como ativadores alcalinos soluções contendo principalmente hidróxido de sódio (Kiventerä *et al.*, 2016; Mashifana *et al.*, 2021; Pereira dos Santos *et al.*, 2022), ficando uma lacuna de conhecimento a respeito da estabilização por ligantes alcalinos de uma parte.

Oliveira (2022) estudou um ligante álcali-ativado em uma parte composto por escória granulada de alto forno, silicato (SS) e hidróxido de sódio (HS). A autora realizou a otimização do ligante a fim de obter a relação ideal entre razões molares de sílico-aluminatos (Si/Al) e sódio-silicatos (Na/Si), ou seja, definindo teores entre precursor e ativadores alcalinos que maximizem a resistência à compressão não confinada ($q_u$). Na Figura 2.29 é possível verificar as três etapas de diferentes regiões experimentais analisadas com níveis das variáveis Si/Al e Na/Si até atingir a região em que ambas maximizaram a resposta mecânica (região verde, com Si/Al=4.62 e Na/Si=0.31), ficando definido a partir destes valores e da

composição dos materiais um ligante ótimo composto por 82,9% de EGAF, 5% de SS e 12,1% de HS.

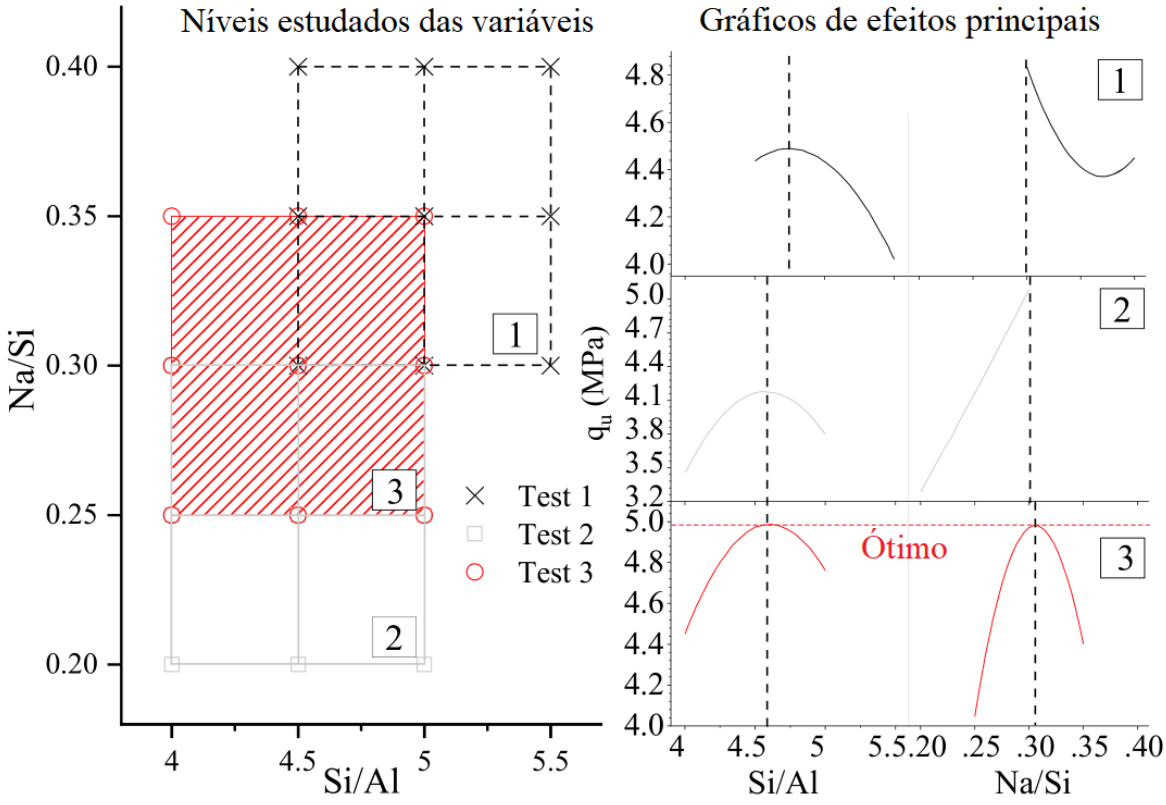



Figura 2.29 – Processo de otimização do ligante álcali-ativado (Adaptado de Oliveira, 2022)

# 3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

## 3.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Para que os objetivos propostos para esta pesquisa fossem concluídos, foi elaborado o programa experimental apresentado a seguir. Neste item, serão elencados toda metodologia e materiais adotados neste trabalho, partindo inicialmente de uma caracterização do rejeito de mineração de ouro e da escória granulada de alto forno utilizados. Após, serão analisados fatores que influenciam no processo de estabilização do rejeito de mineração de ouro. Basicamente, o programa experimental proposto é dividido em três fases, conforme ilustrado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Fases do programa experimental

| Fase | | Material | Tipo de ensaio/procedimento | |
|---|---|---|---|---|
| **Estudo preliminar** | Preparo e caracterização dos materiais | Rejeito de mineração de ouro (RMO), Escória granulada de alto forno (EGAF) | Preparação das amostras | |
| | | RMO | Ensaios de caracterização, de compactação, químicos e microestrutural | Massa específica real dos grãos |
| | | | | Granulometria |
| | | | | Limites de Atterberg |
| | | | | Compactação |
| | | | | pH |
| | | | | MEV* |
| | | | | Classificação ambiental |
| | | RMO e EGAF | Ensaios especiais | DRX, TGA, FTIR* |
| **Fase 1** | Estudo mecânico | RMO+ligante alcalino (EGAF+silicato de sódio+hidróxido de sódio) | Ensaios mecânicos | Resistência à compressão não confinada (qu) |
| | | | Análises | Análise de superfície de resposta para resistência e rigidez |
| | | | | Relação dos resultados com o índice η/Biv |
| **Fase 2** | Estudo mineralógico, microestrutural, de durabilidade e ambiental | RMO+ligante alcalino (EGAF+silicato de sódio+hidróxido de sódio) | Ensaios mineralógicos, microestruturais, de durabilidade e de lixiviação | Ensaio de Lixiviação em coluna |
| | | | | Ensaio de Lixiviação NBR |
| | | | | Ensaio de Lixiviação de resíduos monolíticos |
| | | | | Durabilidade |
| | | | | FTIR* |
| | | | | TGA* |
| | | | | MEV* |
| | | | | DRX* |
| | | | Análises | Análise de produtos de reação e morfologia do RMO estabilizado |
| | | | | Análise de concentração de metais pesados lixiviados |

*MEV: Microscopia eletrônica de varredura; DRX: Difração de raios-x; TGA: Análise termogravimétrica; FTIR: Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier

Fonte: Autor

## 3.2 PROJETO EXPERIMENTAL

Neste item serão descritas as variáveis utilizadas neste estudo. As mesmas foram classificadas em dependentes e independentes. As dependentes são as variáveis de resposta do experimento proposto, que são influenciadas pelas variáveis independentes. As variáveis independentes ficam divididas entre fatores controláveis e fatores constantes. Os fatores constantes são variáveis que possuem valor fixado, sendo uma variável isolada em relação a resposta. Já os fatores controláveis são aqueles que o seu valor é alterável a fim de analisar sua influência em relação à resposta do experimento.

### 3.2.1 Fase 1 - Estudo do comportamento mecânico da estabilização

Foi planejado um experimento para que fosse analisada a influência de fatores no processo de estabilização do rejeito de mineração de ouro, em relação a sua resposta mecânica, para disposição compactado a seco. Optou-se pela escolha de um projeto composto de segunda ordem centrado nas faces para que fosse estudado o possível comportamento não-linear das variáveis. O experimento central composto adotado foi projetado por meio de um projeto fatorial completo ($2^k$), onde são selecionados três fatores controláveis, com níveis máximos e mínimos (Figura 3.1). Estes pontos extremos permitem avaliar a significância de efeitos lineares e interações entre fatores, em relação à variável de resposta (Lotero *et al.*, 2021). Além disso, o modelo possui pontos axiais (níveis intermediários) com intuito de avaliar curvaturas na variável de resposta, logo, a não-linearidade do modelo. O projeto fatorial completo utilizado foi de três fatores controláveis ($2^3$). Cada um destes fatores possui pontos fatoriais máximos e mínimos (cantos do cubo), totalizando 8 pontos, além dos 6 pontos axiais centrados nas faces ($\alpha$=1). Nestes 14 pontos os experimentos foram realizados em triplicatas, totalizando 42 ensaios. Ademais, foram realizados 6 experimentos no ponto médio de todos os fatores (ponto central), para avaliação do erro do experimento, bem como verificar a variância da resposta prevista. Com isso, o programa experimental proposto totaliza 48 experimentos. O planejamento experimental e análise estatística foi realizado por meio de um software estatístico.

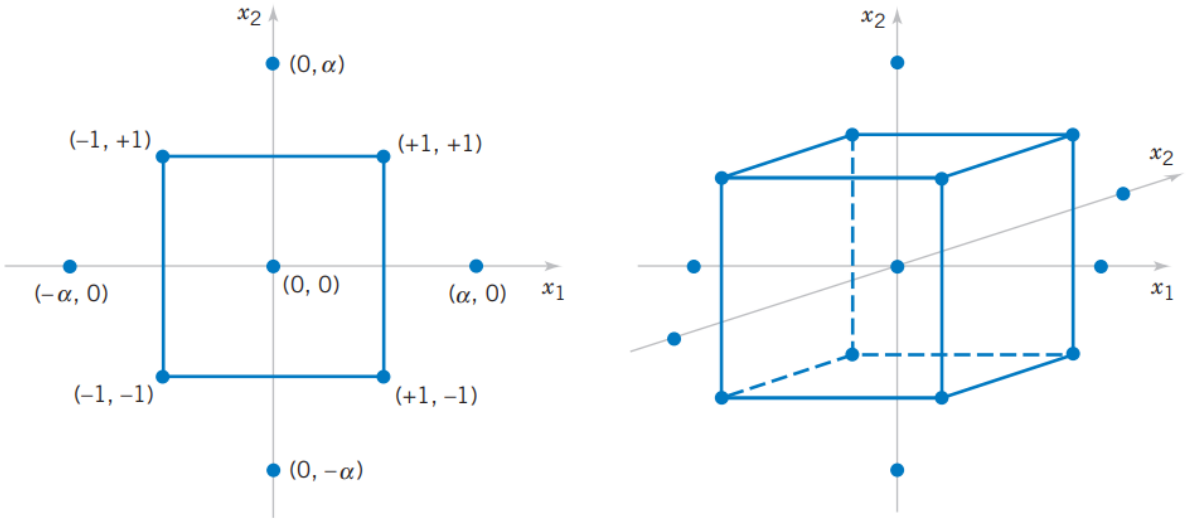



Figura 3.1 – Projeto de experimento composto de primeira e segunda ordem. (Montgomery; Runger, 2018).

Os valores mínimos e máximos definidos para cada fator controlável ou constante foram definidos em experimentos anteriores, experiência adquirida em testes preliminares e estudos relacionados ao tema investigado:

Fatores controláveis:

- Grau de compactação (GC, %): a energia intermediária de compactação é frequentemente atingida em campo com equipamentos compactadores de última geração. Um GG=100% preconiza que a densidade de projeto foi atingida em campo. No entanto, por uma deficiência da energia de compactação aplicada, falta de controle ou outros fatores de campo, este valor pode não ser atingido. Estudos anteriores verificaram que o GC pode afetar significativamente a resistência à compressão não confinada (Bruschi *et al.*, 2021; Consoli *et al.*, 2020; Pereira dos Santos *et al.*, 2022) e rigidez (Bruschi, 2023; Consoli *et al.*, 2017; Shipton; Coop, 2015) de solos e rejeitos de mineração cimentados. Neste sentido, estudos anteriores da UFRGS já visaram analisar a influência da densidade de compactação. Oliveira (2022) verificou três valores de GC (100, 95 e 90%) em função da densidade de moldagem. Farenzena (2023) utilizou duas densidades de compactação, sendo relacionados com os valores de GC=100% e 89,5%, enquanto Bruschi (2023) utilizou diferentes densidades em relação a duas energias de compactação, relacionadas com valores de GC=100% e 97%. Com isso, o presente trabalho busca verificar a influência de diferentes GC e parâmetros mecânicos, ambientais e microestruturais do RMO cimentado. Para tal, foram selecionados três diferentes GC em relação a energia intermediária de compactação, dentro da faixa de valores normalmente investigada, sendo GC=100%, 95% e 90%.
- Teor de ligante (%): de acordo com os estudos abordados no item 2.3.1.1, em muitos casos, o teor de ligante de 1% é suficiente para alterar o comportamento mecânico de rejeitos de mineração e solos estabilizados. Logo, em uma etapa preliminar, verificou-se a possibilidade de aplicação de um teor de ligante mínimo de 1%, porém o corpo de prova não resistiu ao processo de imersão em água. Assim, aumentou-se o teor de ligante mínimo para 2%, valor este suficiente para resistir à imersão prévia ao ensaio de compressão não confinada. De acordo com os citados estudos, valores em campo podem ser utilizados em alguns casos até 5 ou 10%. Assim, a verificação da influência do teor de ligante será realizada a

partir de um teor mínimo de 2%, seguida de um teor intermediário de 5% (utilizado na prática em RMO do Chile) e 8% como teor máximo, para avaliar a resposta para elevados teores.

- Tempo de cura (dias): em projetos de estabilização de solos, como por exemplo as normas de base e sub-base estabilizadas do DNIT (DNIT, 2022a, 2022b, 2022c), é utilizado um período de cura para execução do revestimento e liberação do tráfego de 7 dias. Logo, este período de cura foi definido como o mínimo. Além do período mínimo de 7 dias, foi definido um período intermediário de 35 dias e um período máximo 63 dias, para analisar os efeitos da cimentação no tempo.

Fatores constantes:

- Materiais: os materiais foram fixados nesta pesquisa, sendo o material a ser estabilizado o rejeito de mineração de ouro. Os agentes cimentantes utilizados foram um ligante alcalino composto por escória granulada de alto forno, silicato e hidróxido de sódio, além do cimento Portland CPIV como ligante convencional de controle. Durante os processos foi utilizada água destilada.
- Composição do ligante alcalino: a composição do ligante alcalino foi definida em um estudo anterior realizado por Oliveira (2022), no qual foi feito um processo de otimização da composição do ligante em relação à resistência à compressão não confinada. Conforme discutido no item 2.4.4, a dosagem do ligante é de Si/Al=4.62 e Na/Si=0.31. Em massa, a composição do ligante alcalino foi de 82,9% de EGAF, 5% de SS e 12,1% de HS.
- Temperatura de cura: a temperatura selecionada foi uma temperatura próxima à ambiente, definida em 23±0,5°C. O objetivo de fixar uma temperatura foi de evitar sua influência como catalisador das reações de cimentação, permitindo a análise correta das demais variáveis de interesse.
- Teor de umidade do rejeito antes da estabilização: o teor de umidade utilizado foi o teor de umidade ótimo correspondente a energia intermediária de compactação, igual a 12,5%, para todas as condições testadas.

O esquema da Figura 3.2 resume as variáveis e níveis investigados no PCSO. A partir dos valores dos fatores controláveis, foi demonstrado na Figura 3.3 os pontos do cubo do PCSO. Também é possível verificar no cubo a nomenclatura e identificação de cada tratamento utilizado na pesquisa, de acordo com a composição detalhada na Tabela 3.2. A

identificação é do tipo XYY-Z(W). A primeira letra (X) identifica o tipo de ligante, sendo A as misturas com ligante álcali-ativado e P com cimento Portland. As letras YY representam o grau de compactação da mistura, em %. A letra Z é o teor de ligante da mistura, em %. Por fim, a letra W é o tempo de cura da mistura, em dias. Logo, além dos pontos ilustrados no cubo, a Tabela 3.2 demonstra um bloco adicional de tratamentos de controle realizados com cimento Portland para comparativo dos resultados (P1-P6).

$$
\begin{cases}
Fcontroláveis \begin{cases} GC(\%) \begin{cases} 100\% \\ 95\% \\ 90\% \end{cases} \\ Teor\ de\ Ligante\ (\%) \begin{cases} 2\% \\ 5\% \\ 8\% \end{cases} \\ Tempo\ de\ cura \begin{cases} 7d \\ 35d \\ 63d \end{cases} \end{cases} \\
Fconst. \begin{cases} Materiais\ utilizados: água\ destilada, RMO, EGAF, SS\ e\ HS \\ Composição\ ligante: 82{,}9\% EGAF, 5\%\ SS\ e\ 12{,}1\%\ HS \\ Temperatura = 23 \pm 0{,}5°C \\ Teor\ de\ umidade\ do\ RMO = 12{,}5\% \end{cases}
\end{cases}
$$

$$Variável\ de\ Resposta\ \{qu \text{ e } E50$$

Figura 3.2 – Fatores do PCSO e seus respectivos níveis. Fonte: Autor

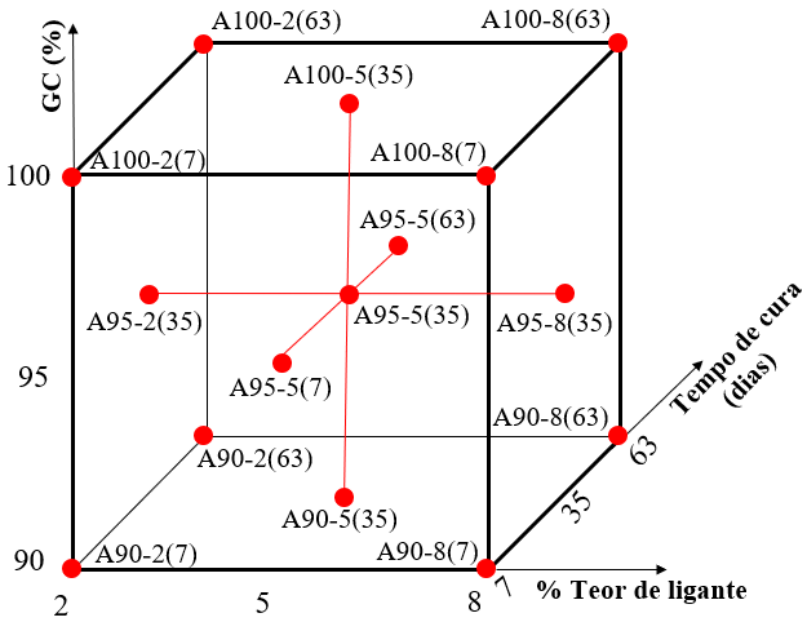



Figura 3.3 – Cubo com pontos investigados no PCSO e a identificação dos tratamentos realizados. Fonte: Autor

Tabela 3.2 – Misturas e variáveis testadas.

| Identificação | GC (%) | Teor de Ligante (%) | Tempo de cura (dias) | Fatores Constantes |
|---|---|---|---|---|
| A90-2(7) | 90 | 2 | 7 | Temperatura de cura de 23±0,5°C, composição do ligante 82,9%EGAF, 5%SS, 12,1%HS e teor de umidade de 12,5% |
| A100-2(7) | 100 | 2 | 7 | |
| A90-8(7) | 90 | 8 | 7 | |
| A100-8(7) | 100 | 8 | 7 | |
| A95-5(7) | 95 | 5 | 7 | |
| A90-2(63) | 90 | 2 | 63 | |
| A100-2(63) | 100 | 2 | 63 | |
| A90-8(63) | 90 | 8 | 63 | |
| A100-8(63) | 100 | 8 | 63 | |
| A95-5(63) | 95 | 5 | 63 | |
| A90-5(35) | 90 | 5 | 35 | |
| A100-5(35) | 100 | 5 | 35 | |
| A95-2(35) | 95 | 2 | 35 | |
| A95-5(35) | 95 | 5 | 35 | |
| A95-8(35) | 95 | 8 | 35 | |
| P100-2(7) | 100 | 2 | 7 | Tratamentos de controle (comparativo) |
| P100-5(7) | 100 | 5 | 7 | |
| P100-8(7) | 100 | 8 | 7 | |
| P100-2(63) | 100 | 2 | 63 | |
| P100-5(63) | 100 | 5 | 63 | |
| P100-8(63) | 100 | 8 | 63 | |

Fonte: Autor

### 3.2.2 Fase 2 – Estudo mineralógico, microestrutural, durabilidade e lixiviação

A partir dos resultados mecânicos, as variáveis adotadas para os ensaios da Fase 2 são determinadas tendo como base o tratamento de melhor desempenho, para o ligante álcali-ativado (LAA) e utilizado CPIV como comparativo. Assim, foram realizadas variações de níveis em cada um dos fatores controláveis da Fase 1, porém com um número reduzidos de tratamentos. A redução no número de misturas ocorreu por uma limitação de quantidade amostral. Logo, cada ensaio e análise da Fase 2 realizados possuem grupos amostrais distintos. A descrição das variáveis e níveis selecionados para o ensaio de durabilidade estão disponíveis no Item 4.3. Os tratamentos selecionados para os ensaios de DRX, FTIR, TGA e MEV estão apresentados nos itens 5.1 a 5.4, nesta ordem. Já para os ensaios de lixiviação pela NBR, em coluna e por imersão, as variáveis estão apresentadas nos itens 6.2 a 6.4.

## 3.3 MÉTODOS

Neste tópico serão demonstrados as metodologias, técnicas e equipamentos utilizados no decorrer do presente estudo, assim como suas normas e referências de procedimento. Serão apresentados os métodos utilizados para a caracterização dos materiais iniciais, mas também no estudo e análise das propriedades do rejeito de minério estabilizado.

### 3.3.1 Preparação preliminar do rejeito de minério de ouro

Anteriormente aos ensaios, foi realizada uma preparação da amostra. O procedimento adotado foi estabelecido pelo Anexo A da NBR 6457 (ABNT, 2016a). O material submetido previamente à secagem ao ar foi homogeneizado pelo processo de quarteamento.

### 3.3.2 Caracterização física e geotécnica

#### 3.3.2.1 Análise granulométrica do rejeito

A análise granulométrica do rejeito foi feita pelo processo de peneiramento e sedimentação, conforme NBR 7181 (ABNT, 2016), realizado no Laboratório de Geotecnia e Concreto da FURG. A análise granulométrica da EGAF foi realizada por granulometria à laser via úmido em água. Para o ensaio de granulometria pelo método à laser, foi utilizado um analisador de tamanho de partículas modelo PSA 1090 L, da marca Anton Paar. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Inovação em Cimentos Ecoeficientes (LINCE), da UFRGS.

#### 3.3.2.2 Massa específica dos grãos

A massa específica real dos grãos do rejeito foi determinada pelo Anexo B da NBR 6458 (ABNT, 2017), que descreve o procedimento conhecido como Ensaio do Picnômetro. Este método é utilizado para partículas menores que 4,8 mm. A massa específica real dos grãos do ligante, que pode reagir com a água durante o procedimento, foi determinada pelas especificações da NBR 16605 (ABNT, 2017b). Seguindo este procedimento, conhecido como ensaio do frasco de Le Chatelier, é necessário utilizar um material não reagente com o ligante, sendo no caso do presente estudo o querosene. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Geotecnia e Concreto da Universidade Federal do Rio Grande - FURG.

#### 3.3.2.3 Limites de Atterberg

Os limites de consistência do rejeito foram determinados de acordo com as normas NBR 6459 (ABNT, 2017b) para o limite de liquidez e NBR 7180 (ABNT, 2017c) para o limite de plasticidade. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Geotecnia e Concreto da FURG.

#### 3.3.2.4 Acidez do rejeito (pH)

Para verificar o caráter ácido (ou básico) do rejeito, o pH foi medido pelo Método A da norma D4972 (ASTM, 2019), que utiliza o pHmetro com sistema de eletrodos, medindo a diferença de potencial elétrico de um eletrodo de referência e um eletrodo de pH, fazendo a conversão do valor medido para pH. Foram utilizados dois tipos de pHmetros para realização do ensaio: (a)pHmetro portátil, em que o rejeito foi colocado em solução com água destilada com proporção de 1:2 em massa, conforme proposto por Head (2006); e (b) pHmetro de bancada, o qual o rejeito também foi colocado em solução com água destilada com proporção de 1:2 em massa, conforme D4972 (ASTM, 2019). Os ensaios foram realizados no Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG), da UFRGS.

#### 3.3.2.5 Classificação geotécnica

O rejeito de mineração foi classificado por diferentes métodos: (a)Frações granulométricas da ABNT, de acordo com especificações da NBR 6502 (ABNT, 1995) e (b)Sistema Unificado de Classificação de Solos (SUCS), especificado pela norma americana D2487 (ASTM, 2017). Estes sistemas de classificação dependem dos resultados obtidos dos ensaios de análise granulométrica e de limites de consistência (itens 3.3.2.1 e 3.3.2.3, respectivamente).

### 3.3.3 Caracterização mineralógica e morfológica

As análises descritas abaixo foram realizadas para caracterizar os materiais iniciais em relação a sua composição química, mineralógica e morfológica. Para as amostras cimentadas, foi realizada a identificação de produtos de reação, para avaliar características composicionais de cada amostra que possam explicar os resultados obtidos na fase 1 do estudo.

#### 3.3.3.1 Difração de raios-x (DRX)

As análises mineralógicas dos materiais (rejeito e EGAF) foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul (CEME-SUL), da Universidade Federal do Rio Grande –

FURG. Para os ensaios foi utilizado um difratômetro de raios-X D8 ADVANCE Brucker, equipado com tubo de cobre (Cu) e comprimento de onda (λ) de 15418Å. A tensão de operação foi de 40 kV e corrente de 40 mA. Para as análises, foi selecionado um intervalo angular de 2° a 80°2θ com passo de 0,02°/ls.

Todas amostras foram ensaiadas em pó com granulometria <75μm. Também foram realizados ensaios de DRX nos corpos de prova cimentados, para analisar os produtos de reação. Neste caso, foram coletados fragmentos dos corpos de prova ensaiados à compressão, seguido de destorroamento e peneiramento para obtenção de um pó com granulometria <75μm. As análises mineralógicas dos materiais cimentados foram realizadas no Laboratório de Difratometria de Raios X (LDRX), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS. Para os ensaios foi utilizado um difratômetro de raios-X Siemens Brucker D-5000, equipado com tubo de cobre (Cu) e comprimento de onda (λ) de 15418Å. A tensão de operação foi de 40 kV e corrente de 40 mA. Para as análises, foi selecionado um intervalo angular de 2° a 80°2θ com passo de 0,02°/ls.

O processo de identificação de picos para análise de fases cristalinas e identificação de minerais, tanto para os materiais naturais, quanto para as amostras cimentadas, foi feito através do software Panalytical X-Pert High Score, utilizando como banco de dados o *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD, 2023).

#### 3.3.3.2 Espectrometria de Fluorescência de raios-x (FRX)

Para analisar a composição química elementar do rejeito de mineração estudado, foi realizado ensaio de espectrometria de fluorescência de raios-x (FRX). O ensaio de FRX foi realizado no Laboratório de Fluorescência de raios-x, do Instituto de Geociências, da UFRGS. O equipamento utilizado foi um espectrômetro de fluorescência de raios-x RIX 2000, da marca Rigaku, com tubo de raios-x de Ródio (Rh). A metodologia empregada foi de curvas de calibração com materiais de referência certificados da Geostandards (Govindaraju, 1994). A análise foi realizada em elementos maiores e em elementos-traço de amostra em pó com granulometria inferior à 75 μm.

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

A morfologia do rejeito de mineração de ouro foi analisada por ensaio MEV. Além disso, amostras selecionadas do rejeito cimentado também foram submetidas a ensaios MEV, para análise morfológica da formação de géis cimentantes. Fragmentos aproximadamente cúbicos

com aresta inferior a 10 mm foram cuidadosamente retirados de regiões não danificadas dos corpos de prova após ruptura por compressão. Logo após a extração das amostras, as mesmas passaram por um tratamento para paralisação das reações para posterior análise do MEV, de acordo com o item 3.3.8. Previamente a realização dos ensaios, todas amostras foram secas ao vácuo e metalizadas com ouro. Os ensaios foram feitos no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul (CEME-SUL), da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol modelo JSM-6610LV, que possui modo alto e baixo vácuo. Os ensaios foram realizados com tensão de aceleração de 15 kV. As imagens foram realizadas utilizando o modo de elétrons secundários. O microscópio é equipado com microssonda de EDS, um detector de raios-x. Este detector tem a capacidade de identificar elementos químicos da amostra por identificação de picos de linhas emissoras.

#### 3.3.3.4. Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os ensaios de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foram utilizados com intuito de investigar a compostos (identificação) dos produtos de reação do rejeito de mineração de ouro estabilizado, de acordo com os picos do número de onda. O ensaio consiste em vibrações dos átomos de moléculas que por meio de radiação infravermelha, absorvem frequências específicas. Como cada tipo de molécula apresenta um diferente espectro infravermelho, podem ser identificadas diferentes ligações químicas. A energia transmitida para a amostra é medida por um interferômetro, que pode ser demonstrada por comprimentos de onda específicos. A amostra em pó utilizada foi preparada com granulometria inferior à 75 μm. Neste caso, foram coletados fragmentos dos corpos de prova ensaiados à compressão, seguido de destorroamento e peneiramento para obtenção de um pó. O ensaio foi realizado em um espectômetro de infravermelho Nicolet 6700, na faixa de 400 até 4000 $cm^{-1}$. A resolução foi de 4 $cm^{-1}$. Os ensaios foram feitos no Laboratório Multiusuário de Análise Térmica (LAMAT), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS.

#### 3.3.3.5. Análise Termogravimétrica (TGA)

As análises termogravimétricas (TGA) e derivadas termogravimétricas (DTG) foram empregadas neste trabalho com objetivo de verificar as transformações físico-químicas do material estabilizado em relação à temperatura. Logo, são plotadas curvas de perda de massa pela temperatura a fim de identificar picos que possam ser associados a produtos de reação específicos. Os ensaios foram realizados em um equipamento Analisador Termogravimétrico

modelo SDT Q50 da marca TA Instruments. O procedimento adotado foi de uma rampa de temperatura de 25°C até 1000°C, com taxa de crescimento de 10°C/min. A amostra em pó utilizada foi de aproximadamente 20 mg (variando por ensaio), com granulometria inferior à 75 μm. Neste caso, foram coletados fragmentos dos corpos de prova ensaiados à compressão, seguido de destorroamento e peneiramento para obtenção de um pó. Foi utilizada cápsula de platina e atmosfera de nitrogênio com fluxo de 100 mL/min. Os ensaios foram feitos no Laboratório Multiusuário de Análise Térmica (LAMAT), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS.

### 3.3.4 Método de moldagem e cura

Para os ensaios mecânicos e ambientais foram utilizadas amostras cilíndricas de 50mm de diâmetro e 100mm de altura. Após pesagem do rejeito, da EGAF, HS e SS, os materiais foram misturados a seco (de acordo com a proporção de cada mistura estudada) até obtenção de uma massa homogênea. Então, a água destilada foi adicionada e o processo de mistura foi realizado até obtenção de uma mistura homogênea (Figura 3.4a). Ambos os processos de mistura ocorreram de forma manual. As misturas foram feitas separadamente para cada corpo de prova, a fim de minimizar efeitos de variação de resultados de um conjunto de misturas inteiro. Após a mistura, a massa obtida foi dividida em três porções e armazenadas em um saco plástico para não perder umidade. Uma parcela excedente da mistura foi utilizada para realização de duas determinações de teor de umidade. Então, os corpos de prova foram moldados seguindo a metodologia proposta por Ladd (1978). Cada mistura foi compactada em três camadas dentro de um molde metálico tripartido (Figura 3.4b), até a obtenção de um peso específico aparente seco (γd) previamente estabelecido, para um dado teor de umidade e na composição específica de cada mistura. O processo de compactação foi realizado em uma prensa hidráulica com capacidade de 15 ton (Figura 3.5). Antes da execução da camada seguinte, o topo da camada inferior foi escarificado. Após finalização do processo de moldagem, os corpos de prova foram cuidadosamente retirados do molde. A partir disso, os corpos de prova foram pesados e medidos com precisão de 0,01g e 0,1mm, respectivamente. Finalmente, os corpos de prova foram envolvidos por filme plástico e inseridos em embalagens plásticas para evitar variação da umidade e carbonatação do material. O processo de cura ocorreu em câmara úmida com temperatura controlada de 23±0,5°C e umidade relativa de 95%.

Para um corpo de prova ser aceito para os ensaios, as seguintes tolerâncias foram adotadas:

- Peso específico aparente seco (γd): ±0,3% do valor estabelecido;
- Teor de umidade (w): ±0,5% do valor estabelecido;
- Diâmetro: ±0,5mm do valor estabelecido;
- Altura: ±1mm do valor estabelecido.

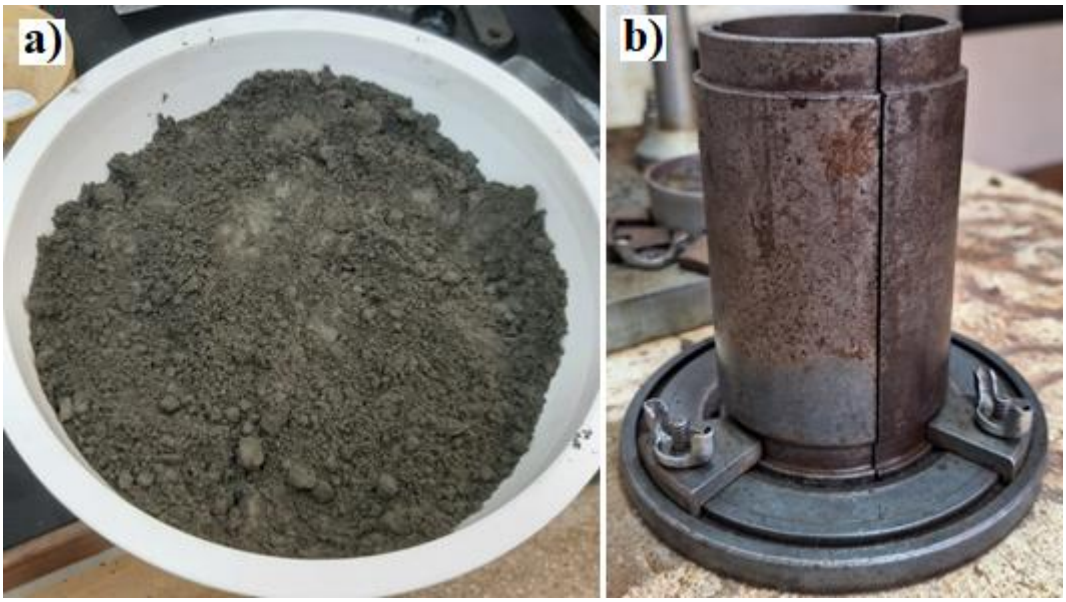



Figura 3.4 – a) Mistura de materiais e b) molde tripartido




Figura 3.5 – Prensa hidráulica utilizada para moldagem

## 3.3.5 Propriedades mecânicas

Os corpos de prova submetidos aos ensaios mecânicos foram moldados de acordo com a metodologia apresentada acima, no item 3.3.4.

### 3.3.5.1 Resistência a compressão não confinada

Os ensaios de compressão não-confinada foram executados conforme a norma americana sobre corpos de prova de solo estabilizado com cal ASTM D 5102 (ASTM, 2024). Os ensaios foram realizados em uma prensa eletro-hidráulica equipada com célula de carga utilizada de 5.000 kgf e um transdutor de deslocamento (régua resistiva) para aquisição do deslocamento e posterior avaliação da deformação vertical. A velocidade de carregamento do ensaio foi de 1 mm/min. Os dispositivos eletrônicos (célula de carga e régua resistiva) tiveram seus resultados obtidos por um sistema de aquisição de dados Spider da HBM. O critério de aceitação de um corpo de prova foi que a resistência obtida não poderia exceder 10% em relação a resistência média dos corpos de prova de mesma composição.

Os ensaios foram feitos no Laboratório de Geotecnia e Concreto da Universidade Federal do Rio Grande – FURG.

### 3.3.5.2 Módulo de Elasticidade Secante ($E_{50}$)

Existem diferentes formas de avaliar a rigidez de um material. Os parâmetros de rigidez variam dependendo do método de determinação. O módulo de elasticidade secante e tangente são os mais utilizados. Devido à não linearidade do trecho elástico da curva tensão-deformação do material, são aplicadas diferentes técnicas para determinação. O Módulo de Elasticidade Secante ($E_{50}$) para 50% da resistência de pico do ensaio de compressão não confinada ($q_u$) é usualmente aplicado em projetos geotécnicos, sendo também aplicado em pesquisas anteriores para avaliação da rigidez (EuroSoilStab, 2010; Lemos *et al.*, 2020; Nunez, 2022; Sun *et al.*, 2022; Tankiewicz *et al.*, 2021; Zhang *et al.*, 2022). A Figura 3.6 apresenta a metodologia proposta por EuroSoilStab (2010). O ponto "P" apresenta o pico de resistência do material de resistência de pico denotada por $\sigma_p$. O método consiste no uso de 50% da resistência de pico ($\sigma_c$) e uma correção pela falta de ajuste do início da curva tensão-deformação indicada pela extrapolação da reta AB. Este método foi adotado neste estudo.

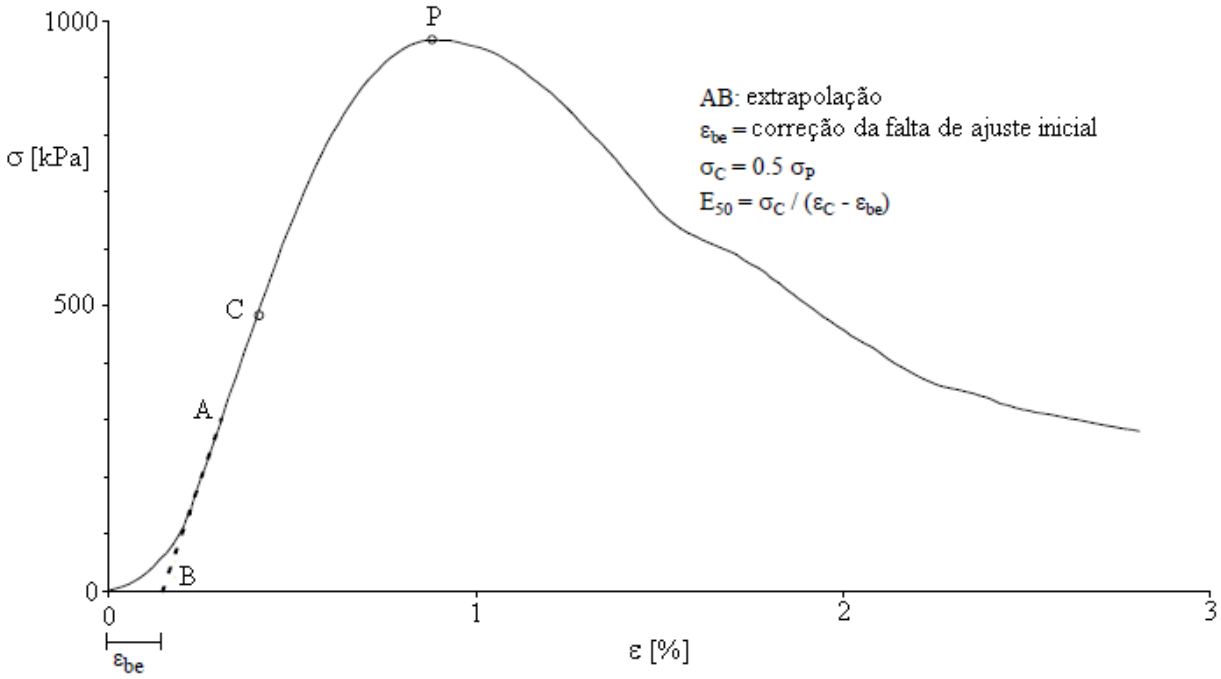



Figura 3.6 – Determinação de $E_{50}$ (Adaptado de EuroSoilStab, 2010).

### 3.3.6 Ensaios de lixiviação e solubilização de metais

Os ensaios de lixiviação e solubilização de metais foram realizados para verificar a capacidade de transferência de metais do material para o meio. Estes ensaios são utilizados para realizar a classificação de um resíduo sólido, que é realizada de acordo com a NBR 10004 (ABNT, 2004a). Ambos ensaios foram realizados no Laboratório de Resíduos Sólidos, Materiais e Geotecnia Ambiental, da UFFS, campus Erechim/RS. Para os ensaios, foram utilizados como meio extrator a água destilada (solubilização) e uma solução de ácido acético (lixiviação).

O ensaio de lixiviação foi realizado de acordo com a NBR 10005 (ABNT, 2004). O ensaio realizado por este procedimento é similar ao ensaio realizado pela Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos, de acordo com a norma 1311 TCLP-Toxicity characteristic leaching procedure (USEPA, 1992). Para o ensaio de lixiviação no rejeito de mineração de ouro não-estabilizado, foram utilizadas 2 amostras de 100g. A amostra foi inicialmente misturada com água destilada e agitada por 5 minutos. A relação material/água destilada foi de 1:16. Em seguida, foi determinado o pH da solução e adicionado 3,5 mL de ácido clorídrico com aquecimento a 50 °C por 10 minutos. Caso o pH continue acima de 5, é adicionado uma solução extratora ácido acético e hidróxido de sódio. Essa solução possui pH

aproximado de 4,9. Assim, o conjunto é inserido em frascos compostos por material inerte (teflon ou politetrafluoroetileno-PTFE), e agitado a 30 rpm por 18 horas, em uma temperatura de 25°C (Figura 3.7). Após, é realizada a filtração a vácuo do material, a fim de obter o extrato lixiviado (Figura 3.8). A filtração é realizada utilizando uma bomba de vácuo e como meio filtrante um papel filtro ($80gm^{-2}$). Por fim, realiza-se a quantificação de metais no extrato lixiviado para verificação com quantidades limites preconizados pelo anexo F da NBR 10004 (ABNT, 2004). Caso algum metal apresente concentração maior que os limites referidos, classifica-se o resíduo como perigoso (Classe I), já para casos em que nenhum metal apresente concentração maior que seu respectivo limite, o mesmo é classificado como não perigoso (Classe II). Quando o resíduo for perigoso, a classificação é finalizada, porém o material é submetido ao ensaio de solubilização caso seja não perigoso. Cabe ressaltar que o procedimento é equivalente ao adotado pela atualização da NBR 10004 de 2024 (ABNT, 2024), porém na nova normativa o resíduo é classificado apenas como perigoso ou não-perigoso.



Figura 3.7 – Agitador mecânico rotatório com frascos para realização do ensaio de lixiviação.



Figura 3.8 – Processo de filtração à vácuo para obtenção do extrato lixiviado.

O ensaio de solubilização foi realizado apenas no rejeito de mineração de ouro, em 2 amostras de 250g, conforme os procedimentos adotados pela NBR 10006 (ABNT, 2004). Este ensaio busca analisar o comportamento do resíduo em uma condição diferente ao aplicado pela lixiviação em meio ácido. Neste caso, o resíduo é submetido a imersão em 1 litro de água destilada com agitação de 5 minutos, ficando posteriormente em repouso por 7 dias a 25°C, para avaliar como o resíduo se comporta nesta situação em relação a dissolução de metais (Figura 3.9). Posteriormente, o processo de filtração à vácuo é repetido, agora para obtenção do extrato solubilizado. Por fim, realiza-se a quantificação de metais no extrato solubilizado para verificação com quantidades limites preconizados pelo anexo G da NBR 10004 (ABNT, 2004a). Caso algum metal apresente concentração maior que os limites referidos, classifica-se o resíduo como não-inerte (Classe II A), já para casos em que nenhum metal apresente concentração maior que seu respectivo limite, o mesmo é classificado como inerte (Classe II B).




Figura 3.9 – Resíduo misturado com água destilada para realização do ensaio de solubilização.

A quantificação de metais (Ag, Al, As, Ba, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Na, Se e Zn) foi feita por meio da técnica de Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Acoplado Indutivamente (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*, ICP-OES) (Figura 3.10). A técnica em questão foi realizada na Central Analítica da UFFS, campus Erechim/RS, utilizando um espectômetro Shimadzu ICPE-9800 com solução padrão multi-elemento ICP Certipur da Merck.

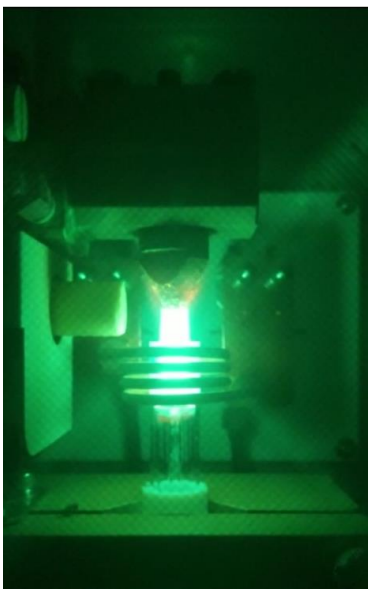


Figura 3.10 – Quantificação de metais pela técnica de ICP-OES realizado na Central Analítica (UFFS Erechim).

Além disso, cabe ressaltar que o ensaio de lixiviação, conforme descrito anteriormente, foi utilizado para as amostras de rejeito cimentado pelos diferentes ligantes utilizados (LAA e CEM-III). Nestes casos, os corpos de prova foram fragmentados em menores dimensões até se tornarem passantes na peneira de 9,5mm (Figura 3.11).



Figura 3.11 – Amostra de rejeito cimentado <9,5mm.

O ensaio de lixiviação em coluna foi realizado para que fosse analisado o comportamento da capacidade de encapsulamento de metais do rejeito de mineração de ouro, bem como avaliar possibilidade de dissolução de metais pelo pH alcalino do meio imposto pelo ligante adicionado. O ensaio é orientado pela norma americana D4874 (ASTM, 2014). Nessa norma é utilizado o equipamento de lixiviação em coluna, que é muito similar ao permeâmetro de parede flexível. Por não existir uma normativa específica que utilize o permeâmetro de parede flexível para o ensaio de lixiviação em coluna, embora muito similar e já utilizado anteriormente (Pereira dos Santos, 2021), foi adotada a norma citada para realização dos ensaios com permeâmetro de parede flexível (Figura 3.12). A própria norma D4874, utiliza o procedimento de permeabilidade em permeâmetro de parede flexível da norma D2434 (ASTM, 2022) para determinação da saturação da amostra. O corpo de prova utilizado foi moldado de acordo com a metodologia descrita no item 3.3.5, portanto com 50mm de diâmetro e 100mm de altura.

O procedimento de ensaio consiste em um fluxo ascendente de água no corpo de prova com coleta de amostras de água percolada para quantificação de metais lixiviados. Foram determinadas duas coletas por corpo de prova, com 1 e 3 vezes o volume de vazios (VV) do material, de acordo com a orientação normativa da coleta entre 1 e 8 vezes o VV para ensaios de 24±3 horas. A coleta de amostras em diferentes períodos do ensaio é definida pelos diferentes tempos de dissolução de cada metal. Foi aplicada uma tensão confinante de 20kPa para melhor aderência da membrana ao corpo de prova, diminuindo a possibilidade de fluxo parasita nos CPs. Para percolação foi aplicada uma poropressão de 10kPa, logo uma carga hidráulica de 10kPa. Pela altura do corpo de prova (10cm), esta pressão resulta em um gradiente hidráulico de 10. Este valor foi adotado de acordo com a condutividade hidráulica do material cimentado, que resulta em um fluxo laminar de água, preconizada pela Tabela 3.3, determinada durante os ensaios entre $1x10^{-7}$ e $1x10^{-8}$ m/s.




Figura 3.12 – Execução do ensaio de lixiviação em coluna no permeâmetro de parede flexível.

Tabela 3.3 – Gradiente hidráulico máximo de acordo com a condutividade hidráulica.

| Condutividade Hidráulica (m/s) | Gradiente Hidráulico Máx. Recomendado |
|---|---|
| $1 \times 10^{-5}$ a $1 \times 10^{-6}$ | 2 |
| $1 \times 10^{-6}$ a $1 \times 10^{-7}$ | 5 |
| **$1 \times 10^{-7}$ a $1 \times 10^{-8}$** | **10** |
| $1 \times 10^{-8}$ a $1 \times 10^{-9}$ | 20 |
| menor que $1 \times 10^{-9}$ | 30 |

Fonte: Adaptado de D5084 (ASTM, 2016)

Uma saída da câmara foi aberta ao ambiente e conectada até uma pisseta graduada a fim de coletar o líquido percolado pelo corpo de prova (Figura 3.13). Após atingir cada volume pré-determinado, o líquido foi transferido para recipientes plásticos hermeticamente fechados e armazenados sob refrigeração até o momento do processo de quantificação de metais por ICP-OES, de forma similar ao procedimento descrito no item 3.3.6.

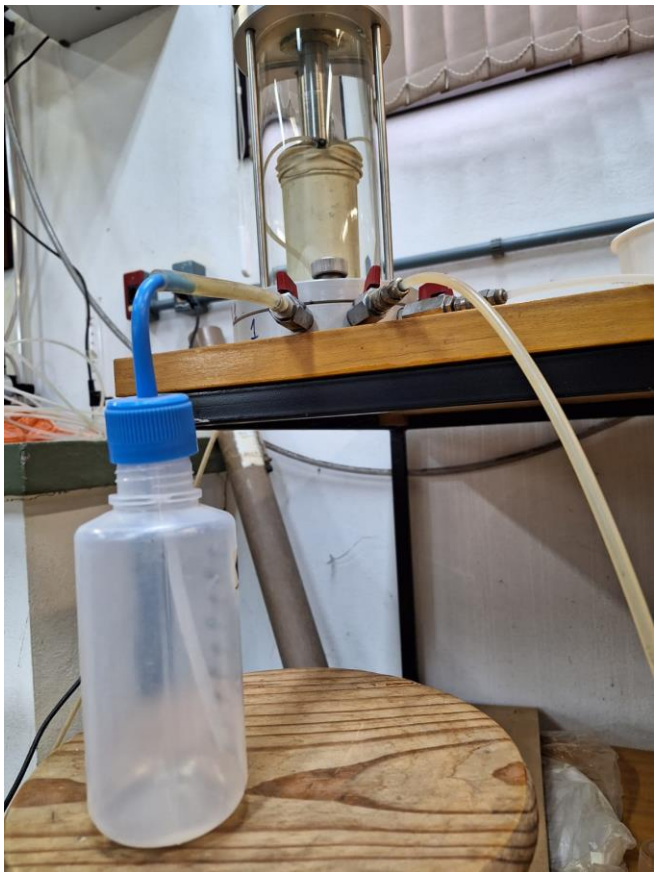


Figura 3.13 – Coleta da água percolada no ensaio de lixiviação em coluna.

### 3.3.7 Durabilidade e Lixiviação de Resíduos Monolíticos

A fim de avaliar o comportamento da cimentação de corpos de prova perante situações adversas de intemperismo, foram selecionadas amostras de rejeito de mineração de ouro cimentados para realização de ensaios de durabilidade por ciclos de molhagem e secagem. O procedimento de moldagem dos corpos de prova seguiu a norma DNER 202/94-ME (DNER, 1994) e a execução dos ensaios de durabilidade seguiu a norma DNER 203/94-ME (DNER, 1994b). Os procedimentos citados são similares aos adotados nas normas americanas D558 (ASTM, 2020) e D559 (ASTM, 2023), respectivamente. Foram moldados corpos de prova cilíndricos utilizando molde metálico Proctor, de volume igual a 1.000cm³, com diâmetro interno de 10cm e altura de 12,73cm, dotado de colarinho prolongador para execução das camadas finais (Figura 3.14a). A metodologia de moldagem foi similar ao procedimento adotado no item 3.3.5, no qual as amostras foram moldadas em 3 camadas em prensa hidráulica, visando atingir a densidade estimada (Figura 3.14b). Após moldagem, os corpos de prova foram desmoldados em prensa hidráulica e curados em câmara úmida por 7 dias. Na sequência os corpos de prova foram colocados em imersão individualmente em água destilada (temperatura ambiente) por um período de 5 horas, seguido de um período de 42 horas em estufa sob temperatura de 71±1°C. Ao serem retirados da estufa, os corpos de prova foram submetidos a escovadelas com escova de fios metálicos com força na ordem de 15N, 4 vezes em cada base e de 18 a 20 vezes na superfície lateral. Este procedimento cíclico de molhagem e secagem foi repetido por 12 vezes, para que se obtivesse a perda de massa por dano causado em cada ciclo.

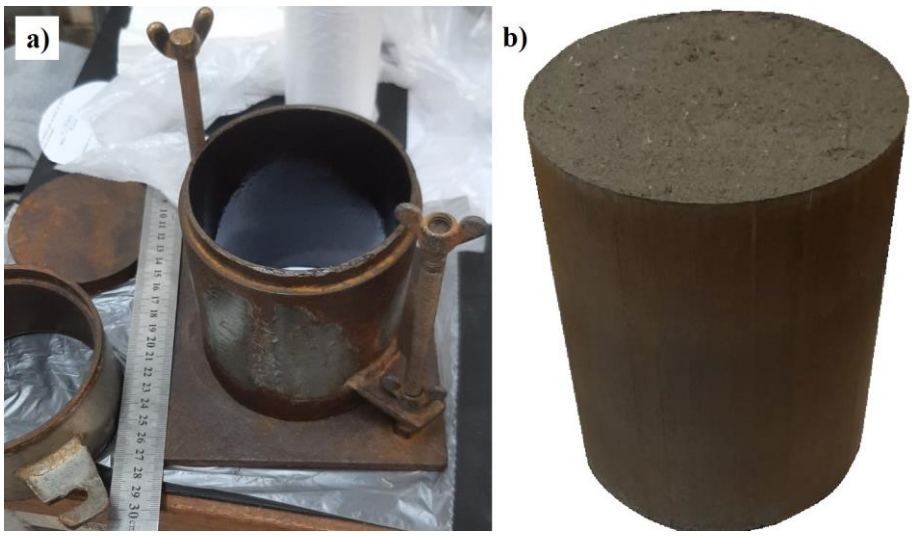



Figura 3.14 – (a) Cilindro metálico Proctor utilizado para moldagem; (b) corpo de prova moldado

Paralelamente ao ensaio de durabilidade, foi realizada uma adaptação dos procedimentos adotados pela norma holandesa EA NEN 7375 (NEN, 2004). Esta norma tem como objetivo regrar a amostragem e ensaios de resíduos, para avaliação do processo de lixiviação de compostos inorgânicos monolíticos com vistas seu uso em aterro. Para isso, o ensaio de durabilidade, como descrito acima, foi realizado utilizando água destilada como líquido de imersão. Cada corpo de prova foi armazenado individualmente em recipientes plásticos (Figura 3.15). A água destilada foi utilizada em um volume de 3 litros, determinado pelo procedimento da norma EA NEN 7375 (NEN, 2004), que recomenda o uso de um volume de 2 a 5 vezes o volume do corpo de prova imerso (Equação 5) ou de 50 a 200 vezes a área superficial do corpo de prova (Equação 6). Essa água foi renovada a cada 3 ciclos de imersão. Ao fim de 3 ciclos, foram coletadas amostras da água para análise de quantificação de metais, avaliando o comportamento de amostras de solo cimentado sob condições de intemperismo. Assim, foram coletadas amostras de água de 20 mL de volume ao fim dos ciclos 3, 6, 9 e 12. Estas amostras foram coletadas em duplicatas. O intervalo de 3 ciclos entre a coleta das amostras foi determinado para que fosse mais notável uma possível diferença nos danos causados à cimentação do corpo de prova. As amostras de água foram analisadas por meio do ICP-OES, conforme relatado no item 3.3.6. O procedimento descrito acima também foi utilizado de forma similar para avaliar a lixiviação de rejeitos de mineração de bauxita cimentados (Bruschi *et al.*, 2022) e compósitos contendo resíduos (Drinčić *et al.*, 2017).

(5) $$2 \times V_{CP} \leq V_{AD} \leq 5 \times V_{CP}$$

(6) $$50 \times As_{CP} \leq V_{AD} \leq 200 \times As_{CP}$$

Onde: $V_{CP}$ é o volume do corpo de prova (em litros); $V_{AD}$ é o volume de água destilada (em litros) e $As_{CP}$ é a área superficial do corpo de prova (em m²).




Figura 3.15 – Recipientes plásticos para imersão dos corpos de prova do ensaio de durabilidade/lixiviação de resíduos monolíticos

### 3.3.8 Paralisação das reações

Para analisar amostras de rejeito de mineração de ouro cimentados em determinados tempos de cura, as reações de cimentação foram paralisadas. Isto permite avaliar uma amostra em um tempo de cura pré-determinado (o qual as reações foram paralisadas), mesmo em tempos futuros. O objetivo é remover a água livre presente nos poros, sem que a água dos produtos de reação seja removida, permitindo o estudo de uma microestrutura preservada. No presente estudo, as reações foram paralisadas por meio da técnica de substituição por solvente. O isopropanol foi o material determinado para o processo, tendo em vista que o mesmo é recomendado para realização de ensaios mineralógicos e microestruturais por resultar em um menor dano nos microporos de amostras, não reagindo, por exemplo, com o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), produto de reação típico da reação da Portlandita com silicatos (Feldman, 1987; Feldman; Beaudoin, 1991; Konecny; Naqvi, 1993; Scrivener *et al.*, 2016). A metodologia foi utilizada na preparação das amostras utilizadas nos ensaios de DRX, MEV, FTIR, TGA, e lixiviação pela NBR e em coluna.

A técnica adotada para a execução do processo de substituição do fluido intersticial foi de imersão das amostras de interesse em recipiente plástico preenchido com isopropanol de

pureza analítica por um período de 48 horas. Após a imersão das amostras, os recipientes foram selados com plástico filme. Logo após o período de imersão, as amostras foram submetidas a secagem em estufa por um período de 48 horas a uma temperatura de 40±1°C. As amostras secas foram armazenadas em local seco, seladas por plástico filme, e embaladas em sacos plásticos para que se mantenham secas e com as reações paralisadas até o momento da realização dos ensaios. Este procedimento foi anteriormente utilizado e recomendado para paralisar processos de reação de cimentos convencionais e alternativos (Fraga *et al.*, 2020; Lotero *et al.*, 2021; Nunez, 2022; Scrivener *et al.*, 2016).

## 3.4 MATERIAIS

### 3.4.1 Rejeito de minério de ouro

#### 3.4.1.1 Localização e características preliminares da mina

O rejeito de minério de ouro utilizado nesta pesquisa foi coletado da Mina Fazenda Brasileira (MFB), em Barrocas, no estado da Bahia, nordeste do Brasil (Figura 3.16). A identificação da presença de minério de ouro no local foi realizada em 1975, e logo as operações de mineração foram iniciadas a céu aberto pela lixiviação em pilha do minério oxidado, em 1984, e subterrânea pelo minério primário sulfetado, em 1988 (Reinhardt; Davison, 2017). Desde o ano de 2005, diversas pesquisas in situ e laboratoriais foram realizadas na UFRGS utilizando o rejeito de mineração de ouro proveniente desta mina (Bedin, 2006, 2010; Dienstmann *et al.*, 2017; Schnaid *et al.*, 2013, 2016; Tomasi, 2018, 2023). O tipo de beneficiamento utilizado na mina em questão ocorre por cianetação e adsorção por carvão ativado. A pasta proveniente da lixiviação flui por gravidade até um conjunto de tanques por agitação mecânica, sendo colocada em contato com o carvão ativado por contra-corrente. Após, a solução resultante é lavada para processamento final da produção do metal por eletrólise ou cimentação com zinco (Bedin, 2010).

O complexo conta com os Lagos I, II e III, já com a capacidade máxima atingida, e o Lago IV, que está atualmente em operação. O Lago IV possui método construtivo de alteamento a jusante. A lama de rejeitos é bombeada para o Lago IV, então é distribuída ao redor do reservatório pelo processo de espigotamento. Assim, o rejeito forma praias e a solução limpa percola até um ponto de coleta mais baixo, sendo então bombeada de volta para o tanque de água. O equilíbrio da água é feito para manter sempre os níveis de água nas bordas o menor possível. O método de disposição utilizado é o de hidrociclonagem, que tem

como objetivo separar os rejeitos de acordo com sua granulometria. A Figura 3.17 mostra a vista de uma das barragens de rejeito da Mina Fazenda Brasileiro. Após esta separação granulométrica, o rejeito de diferentes granulometrias é disposto em diferentes reservatórios. Normalmente este processo resulta em dois diferentes tipos de rejeitos em razão da sua granulometria: *overflow* e *underflow*. Neste estudo, foram utilizadas amostras deformadas do rejeito de minério de ouro *underflow* (Figura 3.18), que é a fração mais grosseira em relação ao *overflow*. Na Figura 3.18 também é possível verificar a coloração cinza esverdeada da amostra.

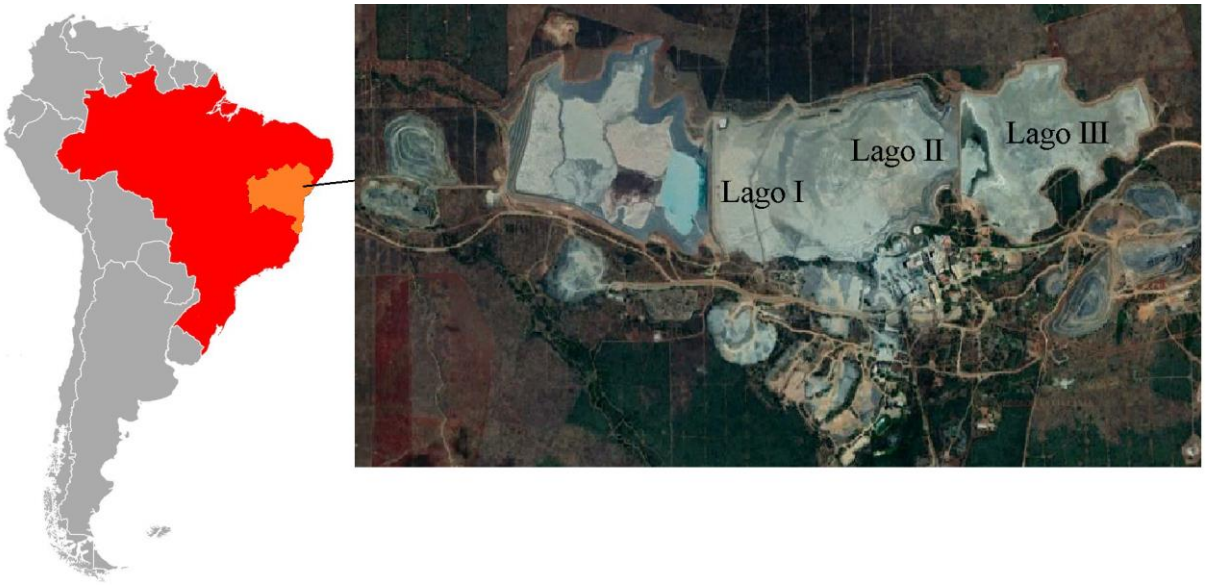



Figura 3.16 – Localização e disposição do condicionamento da Mina Fazenda Brasileiro.



Figura 3.17 – Vista de uma das barragens de rejeito da Mina Fazenda Brasileiro (Tomasi, 2023).



Figura 3.18 – Rejeito de minério de ouro da Mina Fazenda Brasileiro utilizado neste estudo.

3.4.1.2 Geologia local

O depósito da Mina Fazenda Brasileiro está situado na região sul da formação conhecida como *Greenstone Belt* do Rio Itapicurú. O nome da formação tem relação com a coloração esverdeada da rocha. Essa formação consiste predominantemente em uma sequência de rochas vulcânicas metamorfizadas e rochas sedimentares, que em conjunto com os granitoides e gnaisses formam as crateras Arqueanas ou Proterozóicas. A formação *Greenstone Belt* é uma importante fonte de depósitos de minérios de metais como ouro, cobre, zinco, níquel e ferro (Arndt, 2011). Nestas rochas, o ouro está presente em pequenas quantidades, sendo então o minério beneficiado na presença de outros minerais, predominantemente quartzo, albita, clorita e sulfetos (Li *et al.*, 2018). A presença de ouro está controlada por zonas cisalhantes associados aos veios de quartzo em conjunto com albita, carbonatos, pirita e arsenopirita (Teixeira *et al.*, 1990). Kishida; Riccio (1980) fizeram a divisão do *Greenstone Belt* do Rio Itapicurú em três diferentes domínios litológicos: Domínio Vulcânico Máfico, com basaltos teoleíticos; Domínio Vulcânico Félsico, com andesitos, riodacitos e rochas piroclásticas; e Domínio Sedimentar, com sedimentos clásticos finos e conglomeráticos. A Figura 3.19, demonstra o mapa geológico da região sul do *Greenstone Belt* do Rio Itapicurú, onde é possível observar que a Mina Fazenda Brasileiro está situada no Domínio Vulcânico Máfico.

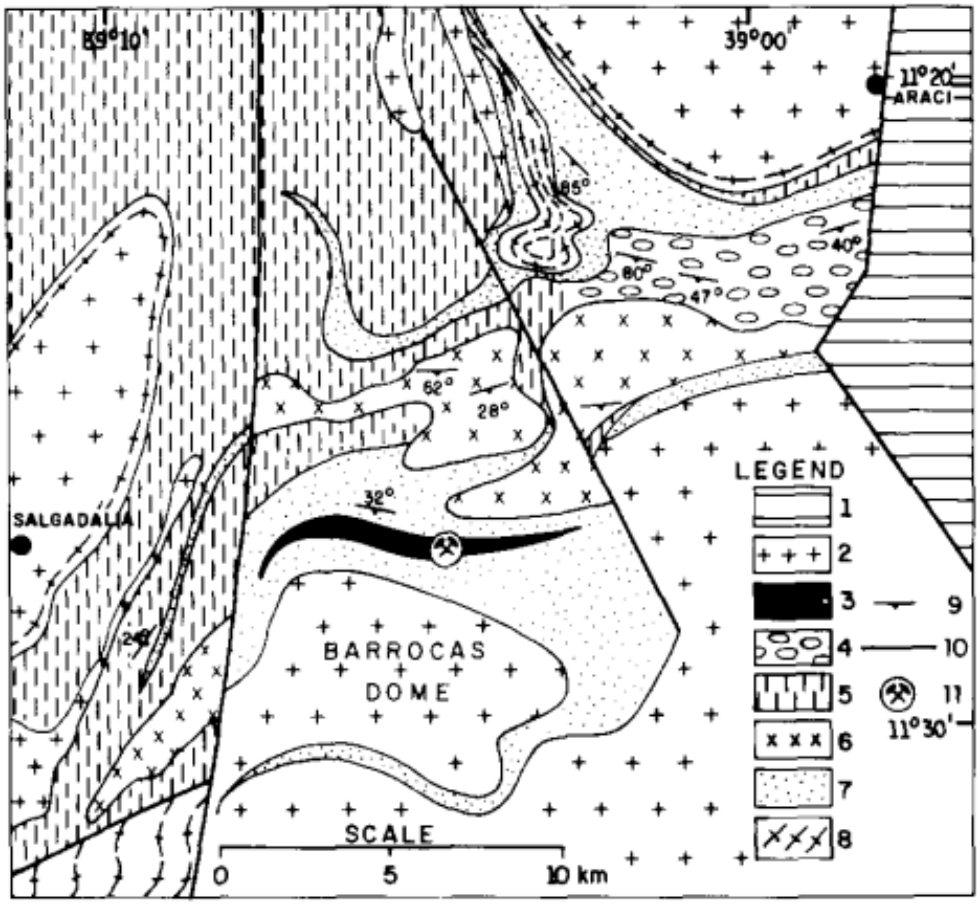



Figura 3.19 – Mapa geológico do setor sul da *Greenstone Belt* do Rio Itapicuru. Legenda: (1) Capa fanerozóica (Bacia Tucano); (2) Granodiorito e tonalito intrusivos; (3) Sill máfico diferenciado (Cinturão Weber); (4) Domínio sedimentar-metaconglomerado polimíctico; (5) Domínio sedimentar-metapelito, meta-arkose e metagrauaca; (6) Domínio vulcânico félsico; (7) Domínio vulcânico máfico; (8) Gnaisse bandado; (9) Foliação de $S_2$; (10) Falha/zona de cisalhamento; (11) Mina de ouro Fazenda Brasileiro. (Davison *et al.*, 1988).

### 3.4.1.3 Caracterização geotécnica e de compactação do rejeito

A partir da análise granulométrica do rejeito foi obtida a curva granulométrica, apresentada na Figura 3.20. Como referência, foram plotadas as curvas granulométricas de rejeitos de ouro da mesma mina (Bedin, 2010; Klahold, 2013; Li *et al.*, 2018; Tomasi, 2023) e uma curva média de 13 rejeitos de ouro da África do Sul (Blight; Steffen, 1979). Cabe ressaltar que o RMO estudado apresentou uma maior fração grosseira do que os demais. Todos os resultados da caracterização do rejeito estão apresentados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Resumo dos resultados da caracterização do rejeito.

| | | Referência |
|---|---|---|
| Peso específico real dos grãos (kN/m³) | 28,3 | Anexo A - NBR 6458 |
| Teor de Argila (%) | 17 | NBR 7181, NBR 6502 |
| Teor de Silte (%) | 42 | NBR 7181, NBR 6502 |
| Teor de Areia (%) | 41 | NBR 7181, NBR 6502 |
| Teor de Pedregulho (%) | 0 | NBR 7181, NBR 6502 |
| Limite de Liquidez (%) | NP | NBR 6459 |
| Limite de Plasticidade (%) | NP | NBR 7180 |
| Índice de Plasticidade (%) | NP | - |
| pH com pHmetro de bolso | 7,53 | Head (2006) |
| pH com pHmetro de laboratório | 7,4 | D4972 |
| Classificação ABNT | Silte Arenoso | NBR 6502 |
| Classificação SUCS | ML (Silte) | D2487 |

Fonte: Autor

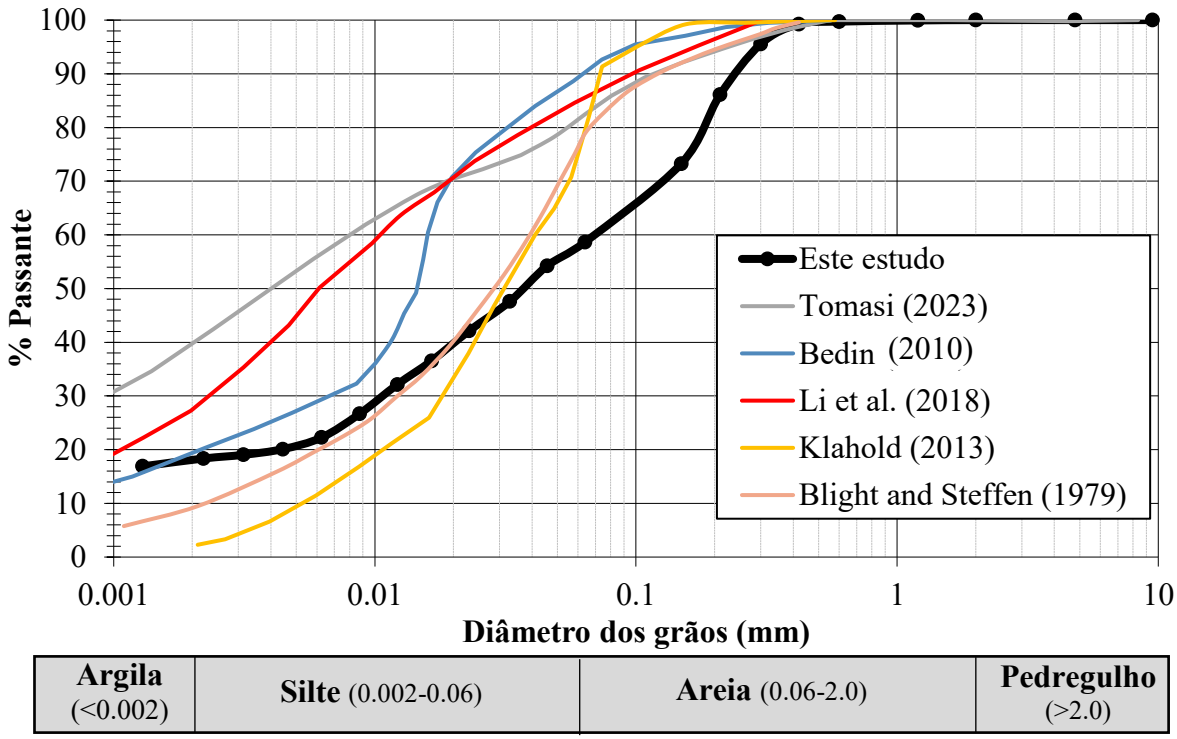



Figura 3.20 – Curva granulométrica de rejeitos de minério de ouro.
Fonte: Autor

O solo foi classificado pela ABNT como silte arenoso. Pelo método de classificação SUCS, o material foi caracterizado como silte (ML). De acordo com a classificação SUCS, algumas propriedades do rejeito podem ser previstas, como regular trabalhabilidade como material de construção, permeabilidade intermediária quando compactado, regular resistência quando compactado e saturado, média compressibilidade e muito más condições de aplicação como fundação e regular a má características de drenagem (ASTM, 2017). O material não apresentou plasticidade durante os ensaios de consistência, sendo então caracterizado como material não plástico (NP). A predominância de silte e argila, bem como ausência de plasticidade, foram também identificadas em rejeitos de ouro por Bedin (2010), Klahold, (2013), Li *et al.* (2018) e Tomasi (2023).

A partir dos ensaios de compactação foram traçadas as curvas de compactação do material (Figura 3.21). Os resultados obtidos de teor de umidade ótimo de compactação ($w_{ót}$) e peso específico aparente seco máximo ($\gamma_{dmáx}$) para cada energia de compactação estão apresentados na Tabela 3.5. Os resultados obtidos para a energia normal de compactação estão próximo aos determinados para amostras similares do rejeito de minério de ouro do mesmo depósito (Tomasi, 2023).

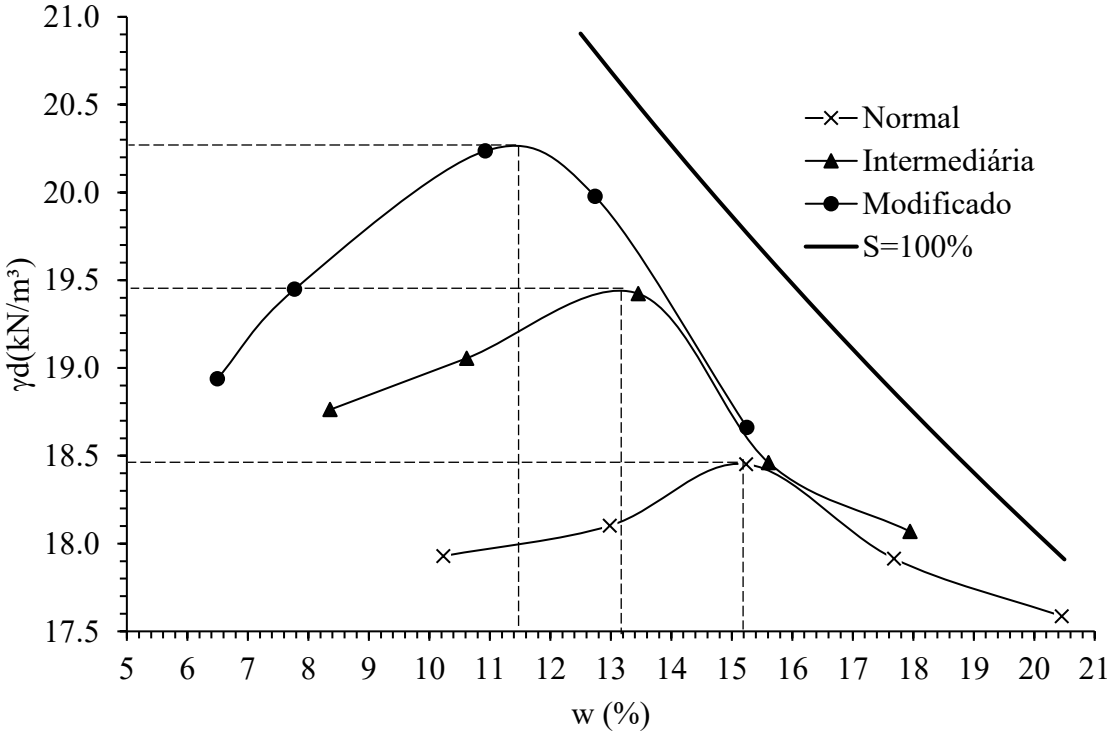



Figura 3.21 – Curvas de compactação nas energias Proctor normal, Proctor intermediário e Proctor modificado para o rejeito de minério de ouro estudado. Fonte: Autor

Tabela 3.5 – Teor de umidade ótimo e peso específico aparente seco máximo para cada energia de compactação ensaiada.

| Energia | Teor de Umidade Ótimo ($w_{ót}$) | $\gamma_d$ máx (kN/m³) |
|---|---|---|
| Normal | 15,2% | 18,45 |
| Intermediária | 13,2% | 19,45 |
| Modificada | 11,5% | 20,26 |

Fonte: Autor

3.4.1.4 Composição química, mineralógica e microestrutural

As análises de composição química, mineralógica e microestrutural foram realizadas na fração passante na peneira #200 (<0,075mm) com material seco. Os resultados da análise de FRX de elementos maiores estão apresentados na Tabela 3.6 e permitiram identificar a predominância de $SiO_2$ (40.9%), $Fe_2O_3$ (17.6%), CaO (10.3%), $Al_2O_3$ (10.0%) e MgO (7.1%), e menores quantidades de $Na_2O$ (2.5%), $TiO_2$ (1.3%), $SO_3$ (1.0%), $K_2O$ (0.9%), MnO (0.2%) e $P_2O_5$ (0.1%). Também foi verificada a presença de voláteis por perda ao fogo (PF), ficando em 8%. O teor de sílica elevado pode estar relacionado com a presença de quartzo na formação rochosa junto ao ouro. O enxofre presente ($SO_3$) é considerado como um dos principais precursores do ácido sulfúrico (na presença de água e oxigênio), podendo tornar o meio ácido e facilitando a lixiviação de metais pesados no rejeito, fenômeno conhecido como drenagem ácida de mina (item 2.2.4).

O resultado da análise da composição química de elementos menores (elementos-traço), em partes por milhão (ppm), está apresentado na Tabela 3.7. Foi possível identificar, em ppm, As (1201.4), Cr (163.3), Ba (138.3), Cu (110.2), Sr (75.1), Zr (68.2), Ni (57.0), Y (27.7) e Rb (22.9). A predominância de arsênio está relacionada com a rocha em que ouro da Mina Fazenda Brasileiro está inserido no *Greenstone Belt*, onde em conjunto com o ferro e o enxofre forma a arsenopirita, mineral que está frequentemente relacionado a minérios de elementos valiosos como o ouro e prata (Alloway, 2013). Tanto na análise de elementos maiores quanto menores, os resultados foram similares aos obtidos para o rejeito de ouro da mesma mina (Tomasi, 2018).

Tabela 3.6 – Composição química de elementos maiores do rejeito por FRX, em porcentagem.

| Material | $SiO_2$ | $Al_2O_3$ | CaO | MgO | $Fe_2O_3$ | $TiO_2$ | $K_2O$ | $SO_3$ | $Na_2O$ | MnO | $P_2O_5$ | PF* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Rejeito | 40.9 | 10.0 | 10.3 | 7.1 | 17.6 | 1.3 | 0.9 | 1.0 | 2.5 | 0.2 | 0.1 | 8.0 |

*PF – Perda ao fogo

Fonte: Autor

Tabela 3.7 – Composição química de elementos menores do rejeito por FRX, em partes por milhão (ppm).

| Material | Y | Pb | Ni | Cu | Sr | Zr | Zn | Nb | Rb | Cr | Ba | As |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Rejeito | 27.7 | <LQ | 57.0 | 110.2 | 75.1 | 68.2 | <LQ | <LQ | 22.9 | 163.3 | 138.3 | 1201.4 |

*LQ – Limite de quantificação da metodologia.

Fonte: Autor

A partir do ensaio de difração de raios-x (DRX) foi possível identificar a presença de quartzo, clinocloro, albita, mica, feldspatos e calcita (Figura 3.22). Como citado anteriormente, em formações *Greenstone Belt*, o ouro pode ser encontrado em veios de quartzo, logo a presença de quartzo é comumente encontrada em rejeitos de ouro, assim como verificado em pesquisas anteriores (Aseniero *et al.*, 2018; Bedin, 2010; Bernardez *et al.*, 2021; Cui *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018; Wang *et al.*, 2019). A identificação de quartzo está diretamente relacionada com o teor de $SiO_2$ obtido no ensaio de FRX. Além disso, clinocloro também foi identificado anteriormente em rejeitos de mineração de ouro (Bedin, 2010; Bernardez *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2018). O mineral albita também foi previamente identificado em rejeito de minério de ouro na Finlândia (Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018) e para o rejeito de minério de ouro da mesma mina estudada (Bedin, 2010). Outros minerais também foram identificados anteriormente, como outros feldspatos (Cui *et al.*, 2022; Solismaa *et al.*, 2018; Wang *et al.*, 2019), a calcita (Aseniero *et al.*, 2018; Li *et al.*, 2018; Solismaa *et al.*, 2018), e as micas (Wang *et al.*, 2019).

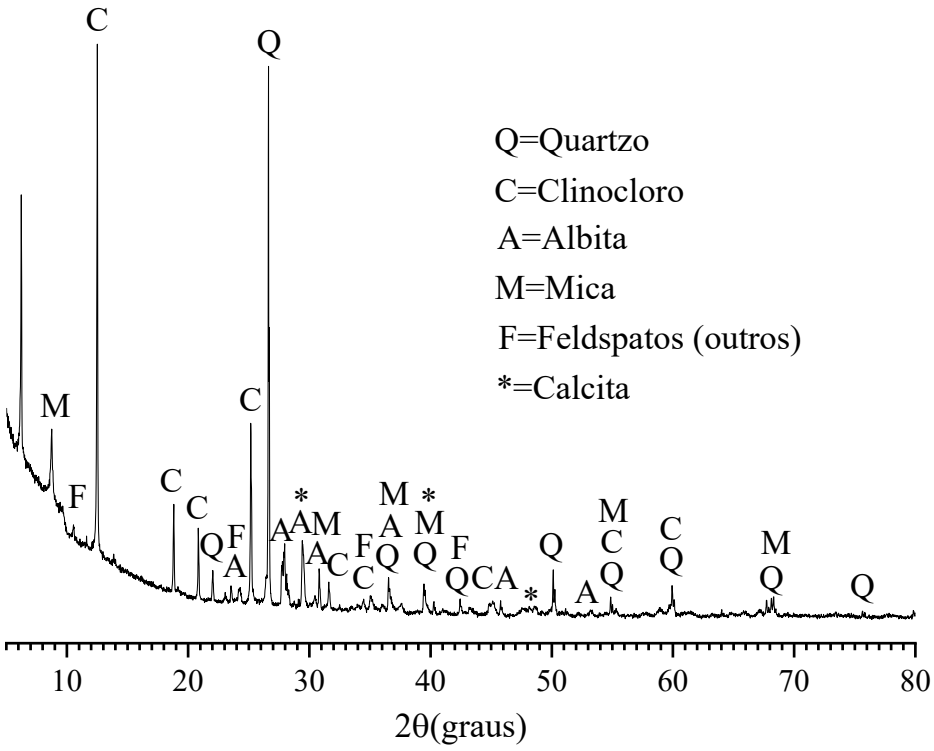



Figura 3.22 – Difratograma de raios-X do rejeito. Fonte: Autor

A Figura 3.23 apresenta a imagem de MEV da amostra por meio do processo de *backscattered electrons* (BEC), que proporciona uma imagem de melhor resolução, com ampliação de 30x. Além disso, pelo BEC é possível analisar que compostos mais pesados apresentam colocação mais clara, assim como elementos mais leves ou poros apresentam coloração escura a preta. Na Figura 3.23 foram identificados vários pontos de materiais com coloração branca, que possivelmente podem estar relacionadas com a presença de metais pesados no rejeito de mineração de ouro estudado. Para isso, foi utilizada a microssonda EDS para analisar os pontos 1 e 2 (P1 e P2) a fim de identificar a possível presença de metais pesados, como forma representativa dos pontos claros observados. As Figuras 3.24b e 3.24c demonstram o resultado obtido para EDS em P1 e P2, respectivamente, enquanto que a Figura 3.24a apresenta o resultado para EDS da área total da imagem. Para a amostra total (Figura 3.24a) foi possível identificar a presença de elementos que estão em acordo com o ensaio de FRX, como silício (Si), alumínio (Al), magnésio (Mg), sódio (Na), ferro (Fe), oxigênio (O), titânio (Ti), cálcio (Ca) e potássio (K). Confirmando a coloração apresentada nos pontos brancos, P1 e P2, foram identificadas a presença de arsênio e mercúrio (Figura 3.24b) e arsênio (Figura 3.24c), respectivamente. Estes são metais pesados tóxicos que podem lixiviar

do rejeito de minério, causando graves danos ambientais. Além disso, foi identificada a presença de enxofre, que em conjunto com o arsênio e o ferro, pode ser um indicativo da presença de Arsenopirita (FeAsS), um mineral comumente encontrado em rejeitos de ouro por ocorrer em veios hidrotermais se formando com ouro e estanho. A Tabela 3.8 apresenta as quantidades (em porcentagem de massa) de cada elemento identificado por EDS, confirmando a análise realizada acima.

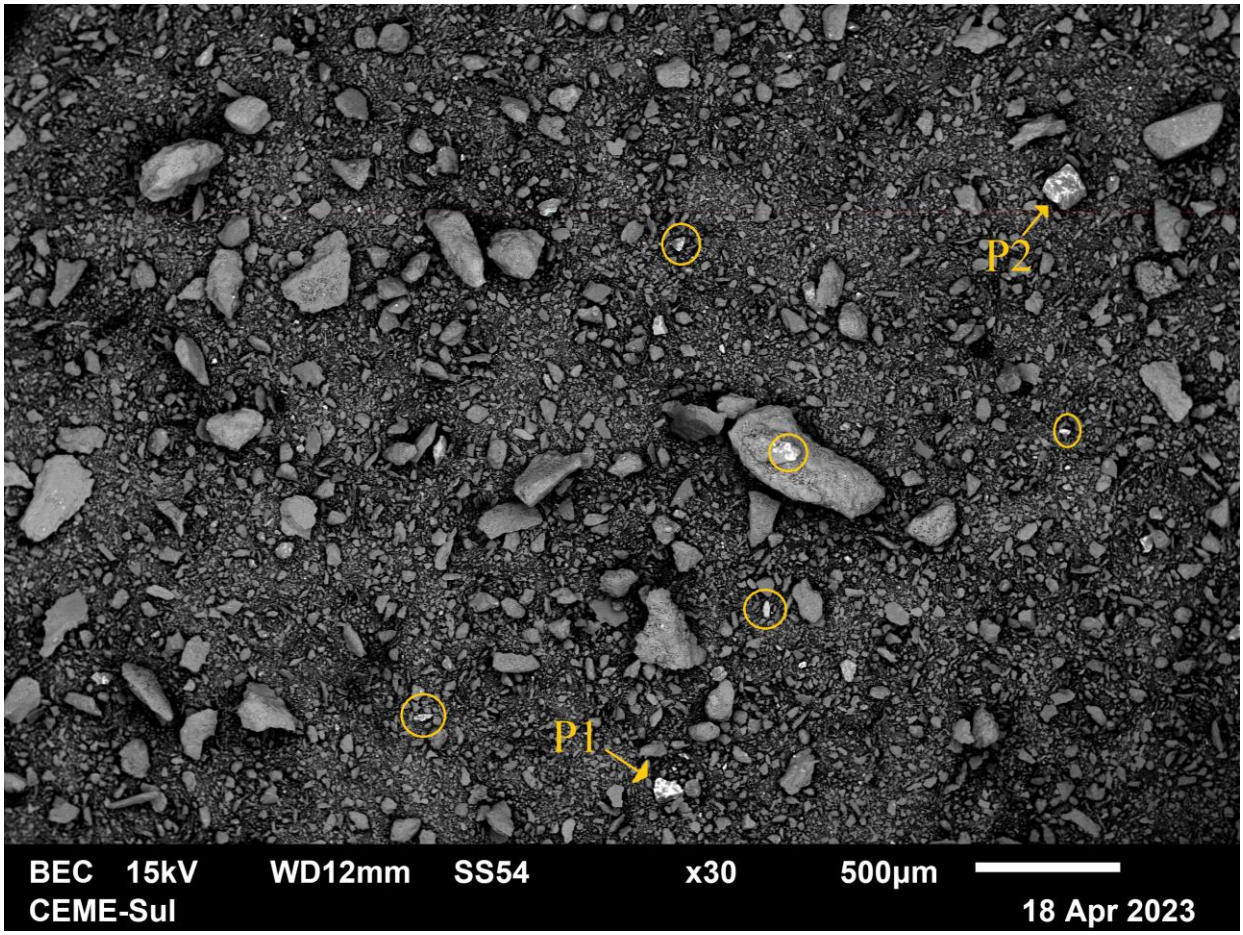



Figura 3.23 – Imagem MEV do rejeito de minério de ouro estudado.

Tabela 3.8 – Composição química elementar por EDS, em porcentagem de massa.

| Ponto | C | O | Na | Mg | Al | Si | S | K | Ca | Ti | Fe | As | Hg |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Total | 18.4 | 44.5 | 1.1 | 2.6 | 4.8 | 14.0 | NI | 0.6 | 4.2 | 0.4 | 9.4 | NI | NI |
| P1 | 2.9 | 21.0 | NI | NI | 2.7 | 4.2 | 10.5 | NI | 1 | NI | 24.0 | 29.1 | 4.8 |
| P2 | 6.6 | 30.9 | 0.9 | 3.7 | 4.9 | 11.7 | 1.5 | NI | 3.3 | NI | 29.4 | 7.1 | NI |

*NI – Não identificado.

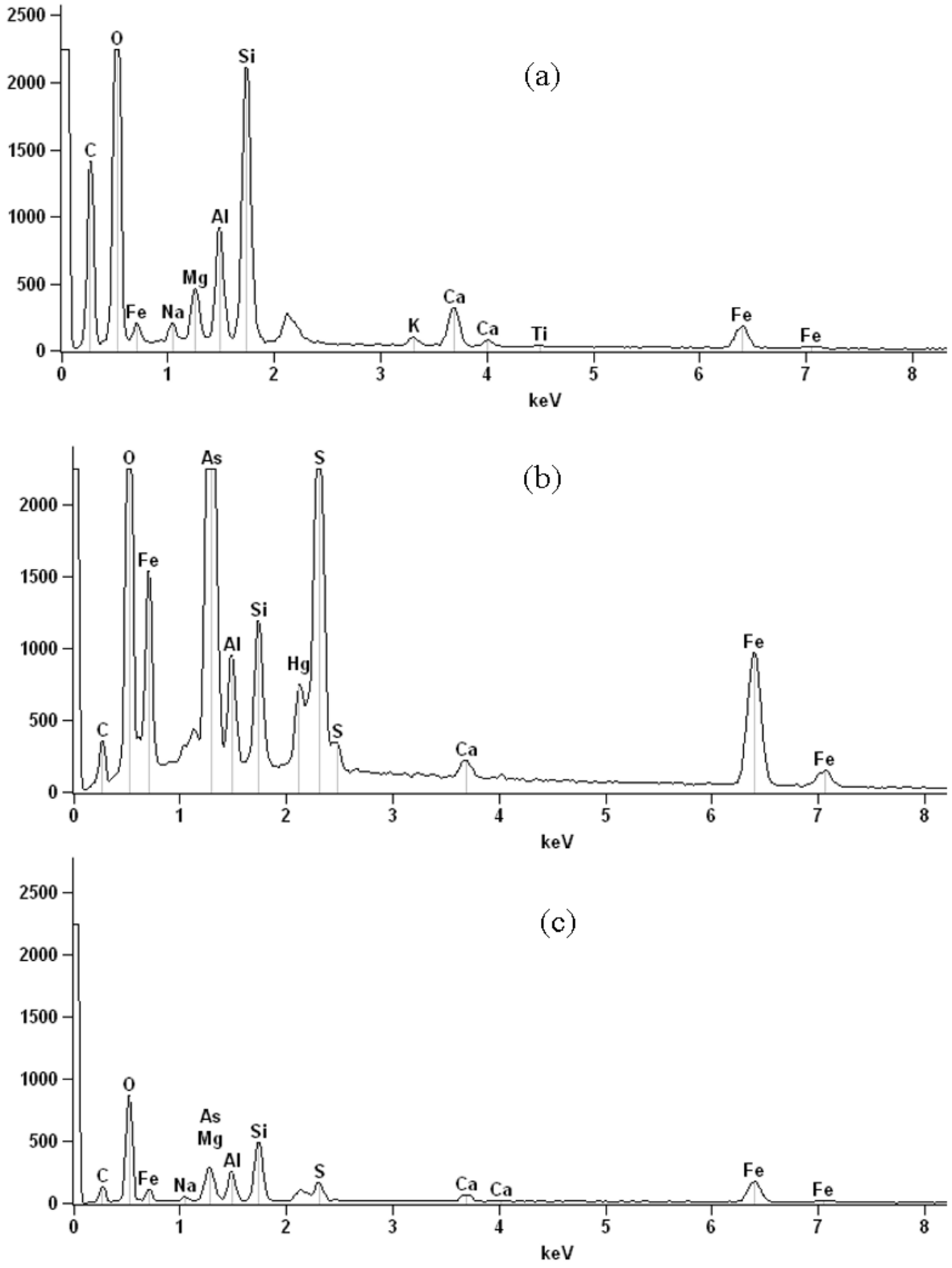



Figura 3.24 – Resultado para o EDS (a) da área total; (b) do ponto P1; e (c) do ponto P2. Fonte: Autor

### 3.4.2 Escória de Alto Forno

Como material precursor no ligante álcali-ativado desta pesquisa foi utilizado uma Escória Granulada de Alto Forno (EGAF), fornecida pela empresa ArcelorMittal. A amostra foi coletada de acordo com a NBR 10007 (ABNT, 2004c) na unidade Tubarão, em Vitória, Espírito Santo. De acordo com a normativa citada, o material a ser utilizado para coleta de resíduos sólidos secos sobre o solo deve ser a pá, sendo este então o equipamento utilizado pela empresa. A Figura 3.25 demonstra a estrutura granular da EGAF, por conta do seu processo de resfriamento rápido. Este processo de resfriamento rápido tem papel fundamental para garantir uma estrutura amorfa do material, portanto impactando em sua reatividade. A empresa realizou o envio das amostras envoltas em sacos plásticos de espessura diferenciada, lacrados e identificados (Figura 3.26), para que as propriedades do material fossem conservadas.



Figura 3.25 – EGAF utilizada no estudo (sem tratamento físico).
Fonte: Autor

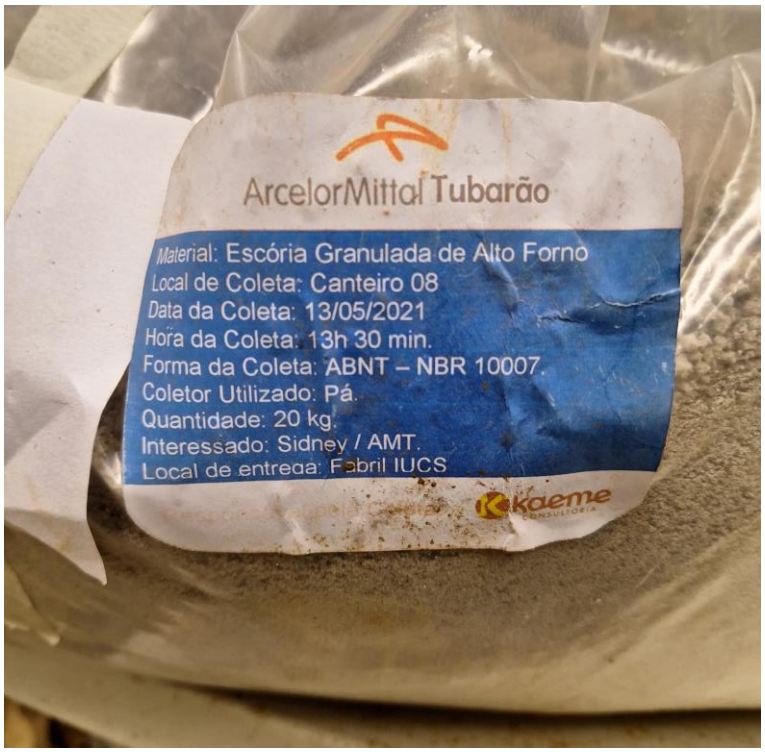



Figura 3.26 – Amostra original de EGAF utilizada.

O tratamento físico da EGAF iniciou por secagem em estufa sob temperatura de 60°C até que não houvesse mais variação na massa da amostra. Na sequência, a granulometria do material foi diminuída por processo de moagem utilizando moinho de bolas. O tempo de processamento foi de 5 horas, utilizando relação entre bolas e EGAF igual a 6:1 (em massa). A EGAF foi então removida do moinho e peneirada na peneira de 45 μm de abertura, para controle da granulometria do material. A Figura 3.27a ilustra o equipamento utilizado e a Figura 3.27b demonstra a relação entre bolas e EGAF.

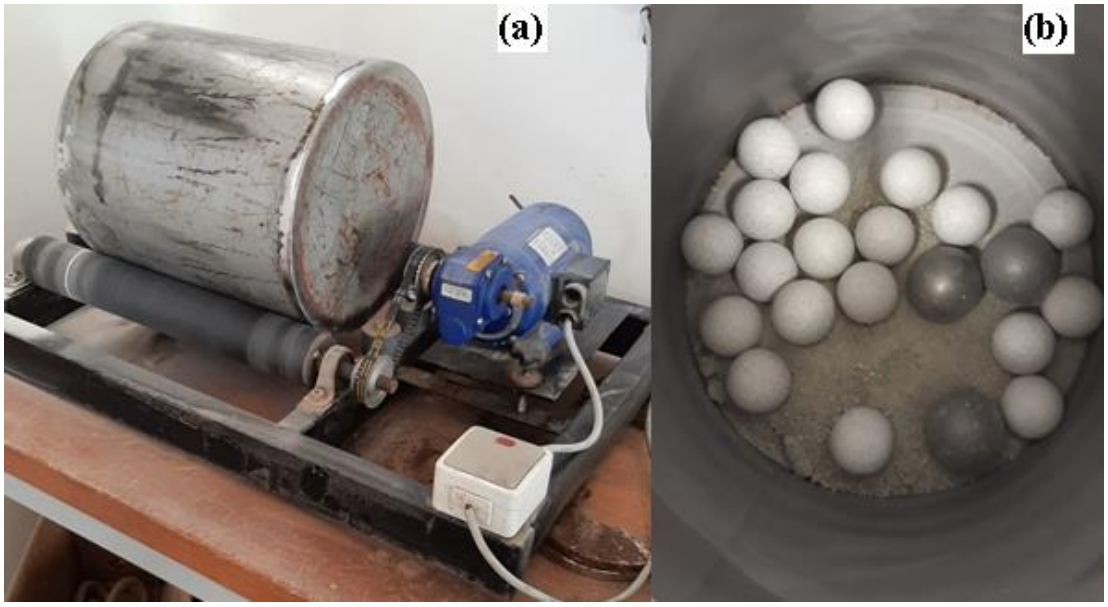



Figura 3.27 – (a) Equipamento do tipo moinho de bolas utilizado na diminuição granulométrica do material com uso de (b) bolas de porcelana e de aço. Fonte: Autor

Após o processamento da EGAF, o material passou a ter aspecto de um pó fino e claro (Figura 3.28). A curva granulométrica (Figura 3.29), obtida por ensaio de granulometria permite avaliar que o processamento foi efetivo, resultando em um material 100% menor que 0,045mm ou 45μm, a qual representa a fração mais reativa da EGAF (Wang *et al.*, 2005).



Figura 3.28 – Escória de alto forno moída e peneirada. Fonte: Autor

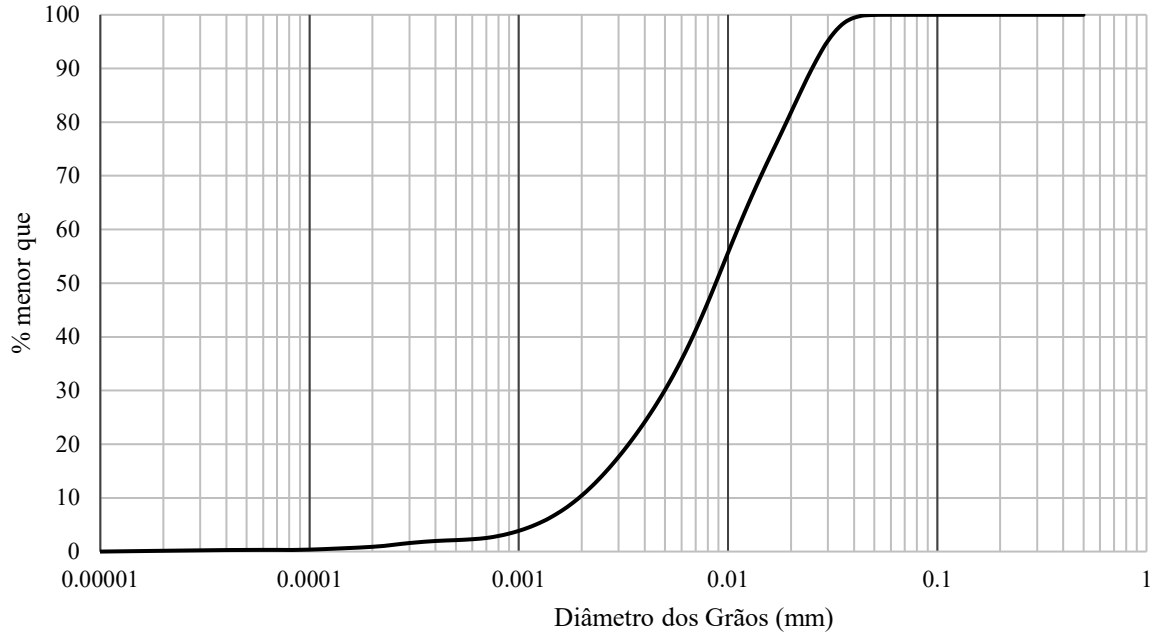



Figura 3.29 – Análise Granulométrica da EGAF. Fonte: Autor

A mineralogia da EGAF foi estudada por ensaios de DRX. A técnica de identificação de picos do difratograma (Figura 3.30) permitiu a identificação de uma grande fração de fase amorfa e, portanto, bom potencial reativo (Nunez, 2022). Além disso, foram identificados alguns picos como minerais de Alita ($C_3S$), Gehlenita [$Ca_2Al(AlSiO_7)$], Akermanita [$Ca_2Mg(Si_2O_7)$] e Calcita ($CaCO_3$), já também identificados anterioremente por outros pesquisadores (Kourti *et al.*, 2011; Seo *et al.*, 2019; Trindade *et al.*, 2018). A cristalinidade da EGAF foi estimada a partir do difratograma, indicando 2,04% de fase cristalina e 97,96% de fase amorfa (Nunez, 2022), superiores aos valores (76,1-99,4%) de boa parte de um grande grupo de escórias (Gobbo, 2009) e ao valor de 67% de fase amorfa, recomendado pela norma britânica EN15167-1 (BS, 2006) para fabricação de cimentos Portland com adição de escória.

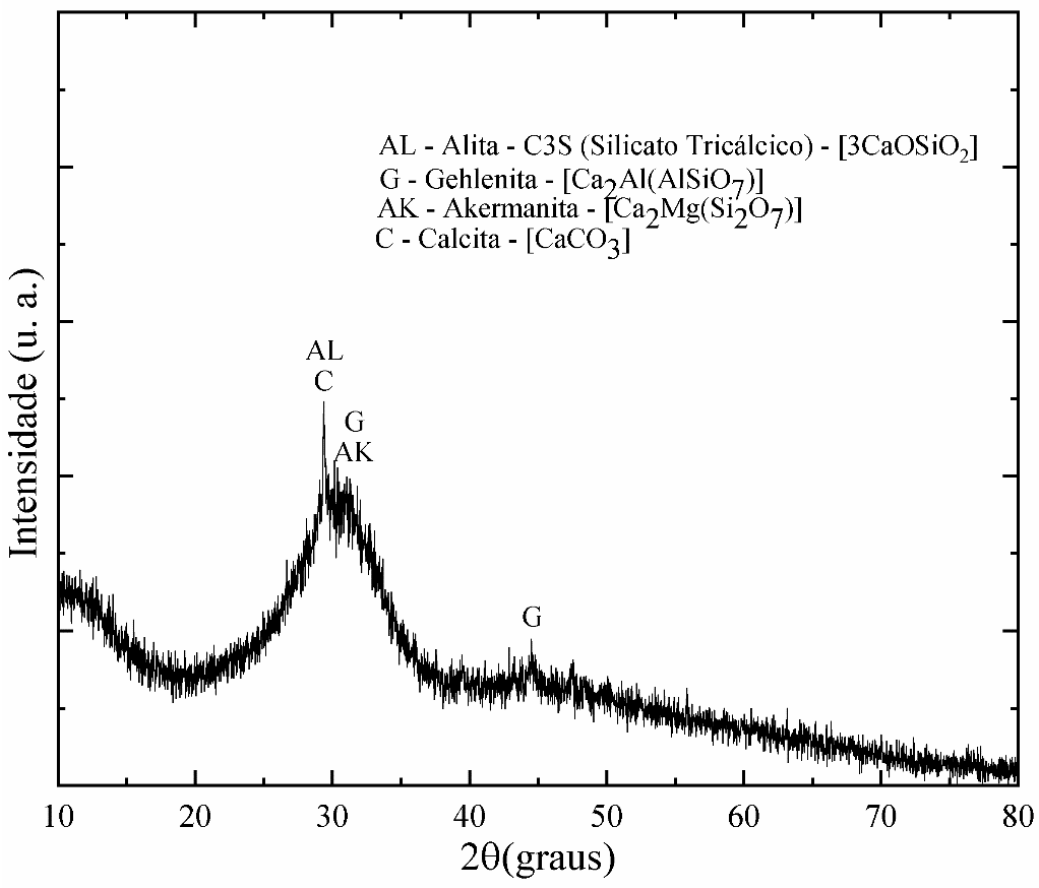



Figura 3.30 – Difratograma de raios-x da EGAF. Fonte: Autor

A concentração elementar da EGAF estudada foi determinada por ensaio de FRX. As quantidades (em % de massa) estão apresentadas na Tabela 3.9. Foi possível verificar um teor de CaO em 42,39%, de $SiO_2$ em 30,15%, de $Al_2O_3$ em 14,11%, de MgO em 7,57% e outros elementos em menores quantidades. O valor de $CaO/SiO_2$ igual a 1,41 e de $Al_2O_3/SiO_2$ igual a 0,47 indicam um bom potencial para esta EGAF como material precursor para álcali-ativação, de acordo com níveis entre 0,50-2,0 e 0,10-0,60, respectivamente (Talling; Brandstetr, 1989).

Tabela 3.9 – Composição elementar da EGAF (em % de massa).

| Material | $SiO_2$ | $Al_2O_3$ | CaO | MgO | $Fe_2O_3$ | $TiO_2$ | $K_2O$ | $Na_2O$ | MnO | $P_2O_5$ | PF* | Total |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| EGAF | 30.15 | 14.11 | 42.39 | 7.57 | 4.15 | 0.73 | 0.36 | nd | 0.39 | 0.15 | nd | 100 |

*PF – Perda ao fogo; nd=não detectado

Fonte: elaborado pelo autor

### 3.4.3 Ativadores alcalinos: silicato e hidróxido de sódio

O Hidróxido de Sódio (HS) de fórmula química (NaOH) utilizado foi sob forma de micropérolas, de pureza analítica (PA), da Dinâmica Química Contemporânea Ltda. De acordo com o fabricante, o produto possui massa molar de 39,997 g/mol, e é composto em 78% por $Na_2O$. O Silicato de Sódio (SS) de fórmula química ($Na_2SiO_3$) utilizado é apresentado em pó, com PA, também produzido pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda. De acordo com o fabricante, é composto em 63% por $SiO_2$ e 18% por $Na_2O$.

### 3.4.4 Cimento Portland

O cimento Portland foi utilizado para execução das misturas de controle da pesquisa, por ser um ligante convencional amplamente utilizado no meio geotécnico. O tipo de cimento Portland escolhido foi o pozolânico (CPIV-32), com especificações determinadas pela NBR 16697 (ABNT, 2018). Este foi adotado por ser um tipo de CPIV facilmente encontrado no comércio local, sendo um dos principais tipos aplicados em obras convencionais. A Figura 3.31 apresenta o difratograma realizado para caracterização mineralógica do CPIV. Foram identificadas fases típicas de $C_3S$, $C_2S$, $C_3A$, $C_3AF$, minerais responsáveis pelo desenvolvimento das características do cimento após hidratação. Além disso, foram observados picos de quartzo ($SiO_2$), gesso ($CaSO_4.2H_2O$) e fase carbonatada, calcita ($CaCO_3$). Composições mineralógicas similares foram observadas em cimentos Portland comuns (Barbosa; Portella, 2019; Garcia-Lodeiro *et al.*, 2015; Miranda Jr, 2012; Scrivener *et al.*, 2016; Ye *et al.*, 2021).

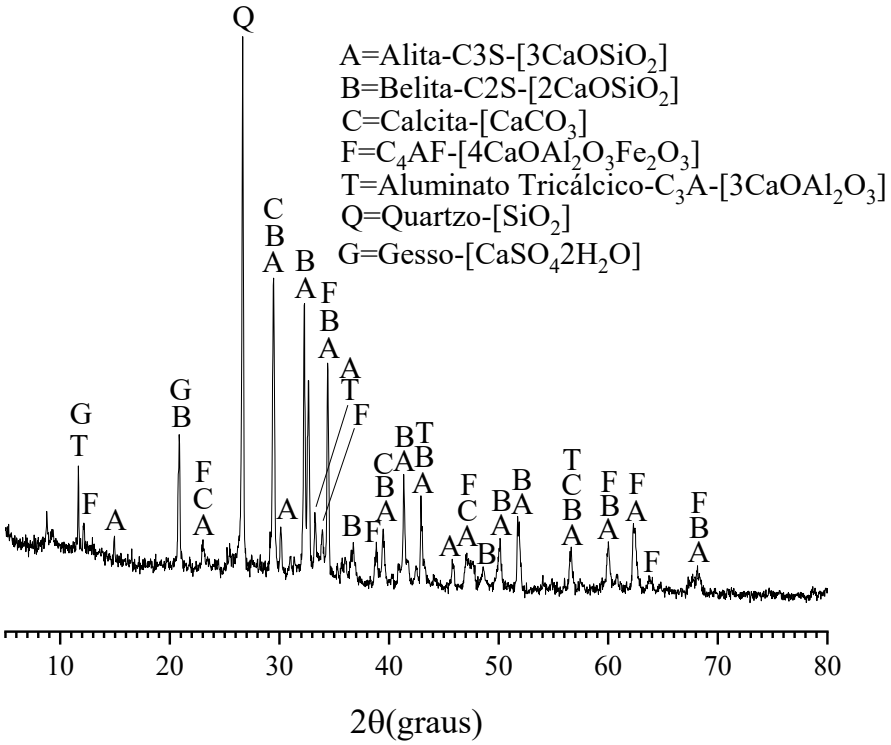



Figura 3.31 – Difratograma de raios-x do Cimento Portland CPIV.
Fonte: Autor

Algumas pesquisas brasileiras definiram a composição elementar do cimento Portland tipo CPIV, por meio de ensaios FRX. Os resultados e valores médios estão dispostos na Tabela 3.10. É possível identificar a predominância de CaO (média de 44,72%), seguido de $SiO_2$, $Al_2O_3$, $Fe_2O_3$, MgO e $SO_3$, que compõem os principais minerais observados no DRX (Figura 3.31).

Tabela 3.10 – Composição elementar do CPIV em (%).

| | Fluorescência de raios-x (FRX) | | | |
|---|---|---|---|---|
| | Referência | | | |
| | (Carezzato, 2019) | (Godinho *et al.*, 2020) | (Tokarski, 2022) | MÉDIA |
| CaO | 43,82 | 45,17 | 45,17 | 44,72 |
| $SiO_2$ | 29,78 | 28,92 | 30,32 | 29,67 |
| $Al_2O_3$ | 11,69 | 9,56 | 9,55 | 10,27 |
| MgO | 2,79 | 2,88 | 2,69 | 2,79 |
| $Fe_2O_3$ | 5,01 | 3,83 | 4,24 | 4,36 |
| $SO_3$ | 3,28 | 2,31 | 2,10 | 2,56 |
| Outros | 3,63 | 7,33 | 5,93 | 5,63 |

Fonte: Autor

# 4 ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO

Para realizar o estudo da estabilização do rejeito de mineração de ouro em relação à resistência à compressão não-confinada e ao módulo de rigidez secante, foi estabelecido um projeto de experimentos a fim de estudar a influência dos seguintes fatores controláveis: teor de ligante; tempo de cura; e grau de compactação (GC). Esta análise se deu por meio de um projeto de experimentos composto de segunda ordem (PCSO) que está apresentado no item 3.2.1.

## 4.1 RESULTADO DE RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO NÃO CONFINADA

A Figura 4.1 apresenta os resultados dos ensaios de compressão não confinada para todos os tratamentos deste estudo. São apresentados os resultados de resistência à compressão não confinada média ($q_u$), tanto para o RMO estabilizado pelo ligante alcalino, quanto pelo cimento Portland.

A mistura A100-8(63) apresentou a maior resistência, atingindo 9,18 MPa. Para a mistura de mesmo GC e teor de ligante, porém com tempo de cura de 7 dias (A100-8(7)), a resistência atingida também foi elevada, de 8,55 MPa. Isto implica que aos 7 dias de cura o material estabilizado nestas condições já atingiu mais de 93% da resistência aos 63 dias, indicando uma rápida evolução dos processos de reações de cimentação do material. Além disso, cabe ressaltar que ambas as misturas citadas atingiram resistência média maior que os respectivos tratamentos com cimento Portland. Para 7 dias de cura (P100-8(7)) e 63 dias de cura (P100-8(63)) as resistências foram de 2,61 e 6,92 MPa, respectivamente. Estes valores correspondem a cerca de 30% e 75% das resistências utilizando o ligante alcalino, respectivamente. Ademais, é possível observar que além das menores resistências obtidas nas amostras de controle (com cimento Portland), o tempo de ocorrência das reações é mais lento, obtendo aos 7 dias uma resistência de cerca de 37% da resistência obtida para 63 dias.

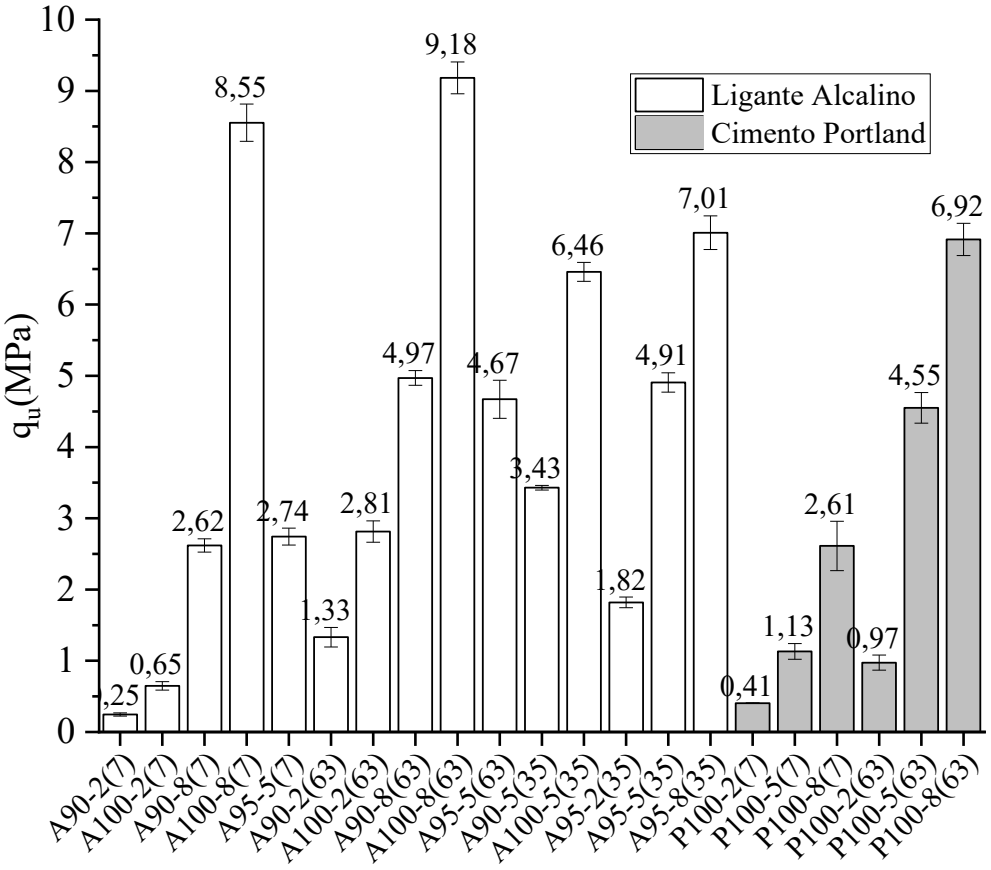



Figura 4.1 – Resistência à compressão média ($q_u$) para cada mistura. Fonte: Autor

### 4.1.1 Análise de variância (ANOVA) do PCSO para $q_u$

A análise de variância (ANOVA) foi realizada com uso de um software estatístico utilizando um nível de significância ($\alpha$) de 5% ou 0,05. Logo, fatores que apresentem valor-P menor que $\alpha$, representam fatores com significância positiva. Caso contrário, o fator analisado é considerado não significante como influente na variável de resposta analisada. Este nível de significância foi utilizado para analisar efeitos principais, não-linearidade e interações entre variáveis entre fatores na variável de resposta. A Tabela 4.1 apresenta os resultados da ANOVA para $q_u$. É possível verificar que os fatores teor de ligante, GC e tempo de cura apresentaram significância tanto em termos lineares, quanto quadráticos, logo são fatores que apresentam influência sobre $q_u$. Quando analisada a interação entre fatores, é possível observar que o tempo de cura não apresenta significância na interação com o GC e com o teor de ligante, enquanto a interação entre o teor de ligante e o GC é significante.

Tabela 4.1 – Análise de Variância – Tabela ANOVA para $q_u$ (PCSO).

| Fonte | GL | SQ (Aj.) | QM (Aj.) | Valor F | Valor-P | Signif. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Modelo** | 11 | 322.2 | 29.291 | 333.39 | 0 | |
| Blocos | 2 | 0.132 | 0.066 | 0.75 | 0.479 | |
| **Linear** | 3 | 283.477 | 94.492 | 1075.52 | 0 | |
| Teor de Ligante (%) | 1 | 190.361 | 190.361 | 2166.7 | 0 | Sim |
| GC (%) | 1 | 71.796 | 71.796 | 817.19 | 0 | Sim |
| Tempo de cura (dias) | 1 | 21.319 | 21.319 | 242.66 | 0 | Sim |
| **Quadrado** | 3 | 10.362 | 3.454 | 39.31 | 0 | |
| Teor de Ligante (%)*Teor de Ligante (%) | 1 | 0.551 | 0.551 | 6.27 | 0.017 | Sim |
| GC (%)*GC (%) | 1 | 0.533 | 0.533 | 6.06 | 0.019 | Sim |
| Tempo de cura (dias)*Tempo de cura (dias) | 1 | 7.317 | 7.317 | 83.28 | 0 | Sim |
| **Interação com 2 Fatores** | 3 | 28.229 | 9.41 | 107.1 | 0 | |
| Teor de Ligante (%)*GC (%) | 1 | 28.188 | 28.188 | 320.84 | 0 | Sim |
| Teor de Ligante (%)*Tempo de cura (dias) | 1 | 0 | 0 | 0 | 0.995 | Não |
| GC (%)*Tempo de cura (dias) | 1 | 0.041 | 0.041 | 0.46 | 0.5 | Não |
| Erro | 33 | 2.899 | 0.088 | | | |
| Total | 44 | 325.099 | | | | |

**Sumário do Modelo**

**S (desvio padrão)=**0.296408
**$R^2$**=99,11%; **$R^2$(previsto)**=98,30%; **$R^2$(ajustado para graus de liberdade)**=98,81%
GL= Graus de liberdade; SQ=Somas ajustadas de quadrados; QM= Média dos quadrados ajustados; Signif=Significância

Fonte: Autor

Os gráficos de efeitos principais para $q_u$ (MPa) estão apresentados na Figura 4.2. Tanto o GC, quanto o teor de ligante apresentam crescimento diretamente proporcional a $q_u$, resultando em maiores resistências quanto maior seus teores, sem indicativo de uma possível tendência de diminuição do efeito para maiores valores dos respectivos fatores. Esta tendência também foi observada em estudos anteriores, em relação ao teor de ligante e ao GC (ou densidade de compactação) (Carvalho *et al.*, 2023; Ferrazzo *et al.*, 2023; Leon *et al.*, 2020; Levandoski *et al.*, 2023; Tonini de Araújo *et al.*, 2023). No entanto, uma significância apenas linear foi observada para o teor de ligante (Ferrazzo *et al.*, 2023; Levandoski *et al.*, 2023). Apesar destes fatores apresentarem significância também quadrática, no presente trabalho, as curvas de fatores principais são aproximadamente lineares, indicando que os efeitos lineares são muito mais importantes, conforme observado por Ferrazzo *et al.* (2023) e Levandoski *et al.* (2023). A significância reduzida dos efeitos quadráticos também pode ser observada no gráfico de Pareto dos efeitos personalizados (Figura 4.3). O fator tempo de cura apresenta um ponto com tendência assintótica que traduz que o desenvolvimento de maior parte das reações acontece antes do período final testado de 63 dias de cura. Isto permite avaliar que a adição

dos ativadores alcalinos desempenhou papel fundamental no desenvolvimento da dissolução da EGAF e consequente desenvolvimento das reações, mesmo em curtos períodos de tempo. Além disso, este aspecto evidencia a capacidade do uso deste ligante in situ, de forma a desenvolver uma cimentação de forma rápida e competitiva com ligantes convencionais. Através da Figura 4.3 também é possível verificar que o fator que mais influenciou na resposta de $q_u$ foi o teor de ligante de forma linear.

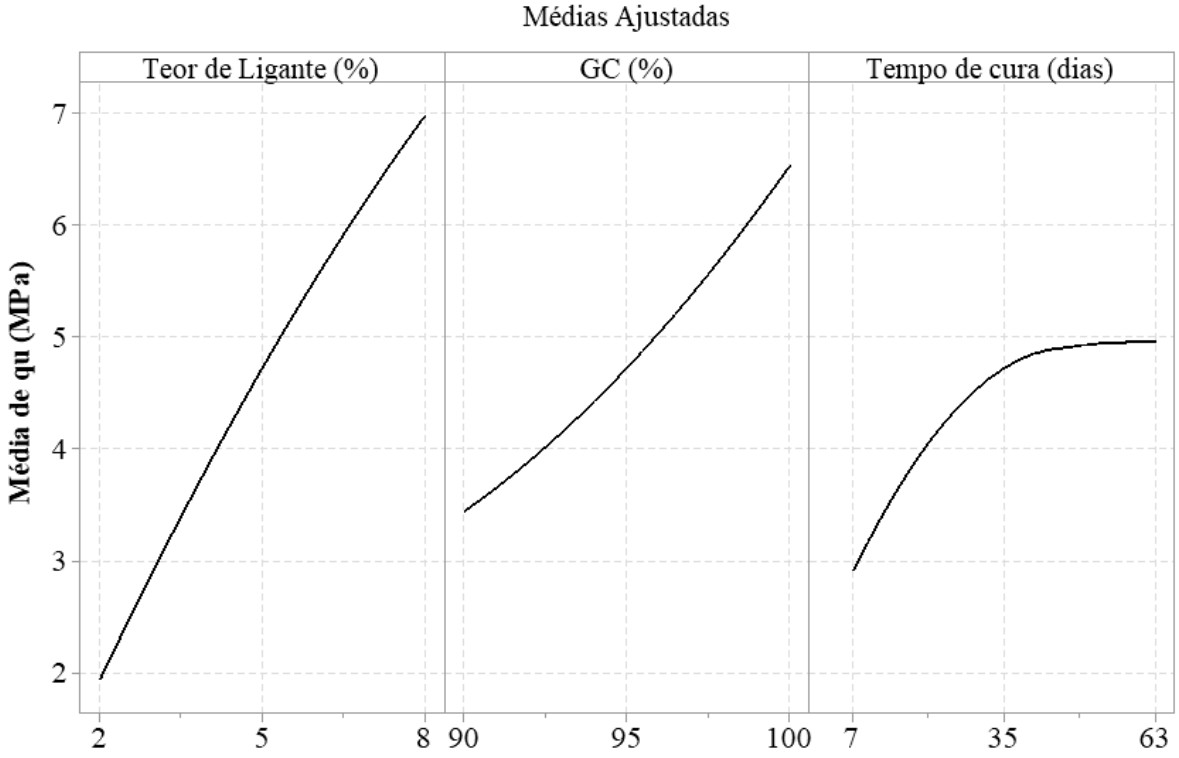



Figura 4.2 – Gráfico de efeitos principais para $q_u$ (MPa). Fonte: Autor

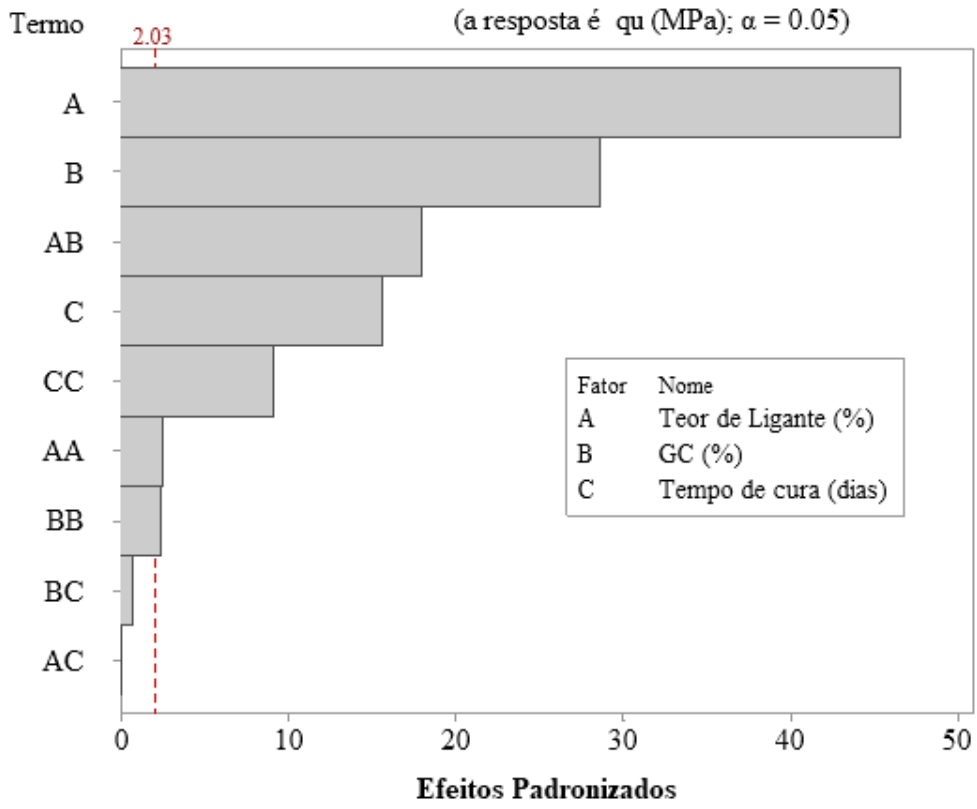



Figura 4.3 – Gráfico de Pareto de efeitos personalizados para $q_u$ (MPa).

As interações entre fatores estão apresentadas na Figura 4.4. Conforme verificado pela ANOVA, as interações entre os fatores com o tempo de cura não obtiveram significância, logo nas curvas dos gráficos de interação é possível analisar que as curvas possuem mesma tendência, com mesma concavidade e até mesmo quase superposição no caso dos períodos de cura de 35 e 63 dias. Isto ratifica que o tempo de cura não possui interação com os demais fatores. Já no gráfico de interação entre GC e teor de ligante é possível verificar uma forte importância por curvas de diferentes inclinações. Quanto maior o GC, maior o efeito do teor de ligante. Uma maior densidade de compactação aproxima as partículas dos materiais do ligante, gerando uma matriz de maior grau de cimentação. Conforme se aumenta a quantidade de ligante, mais partículas cimentantes estão em contato, resultando em maiores valores de $q_u$. Um efeito similar foi observado em pesquisas anteriores de solos artificialmente cimentados (Carvalho *et al.*, 2023; Ferrazzo *et al.*, 2023; Leon *et al.*, 2020; Levandoski *et al.*, 2023; Lotero, 2020; Nunez, 2022; Tonini de Araújo *et al.*, 2023).

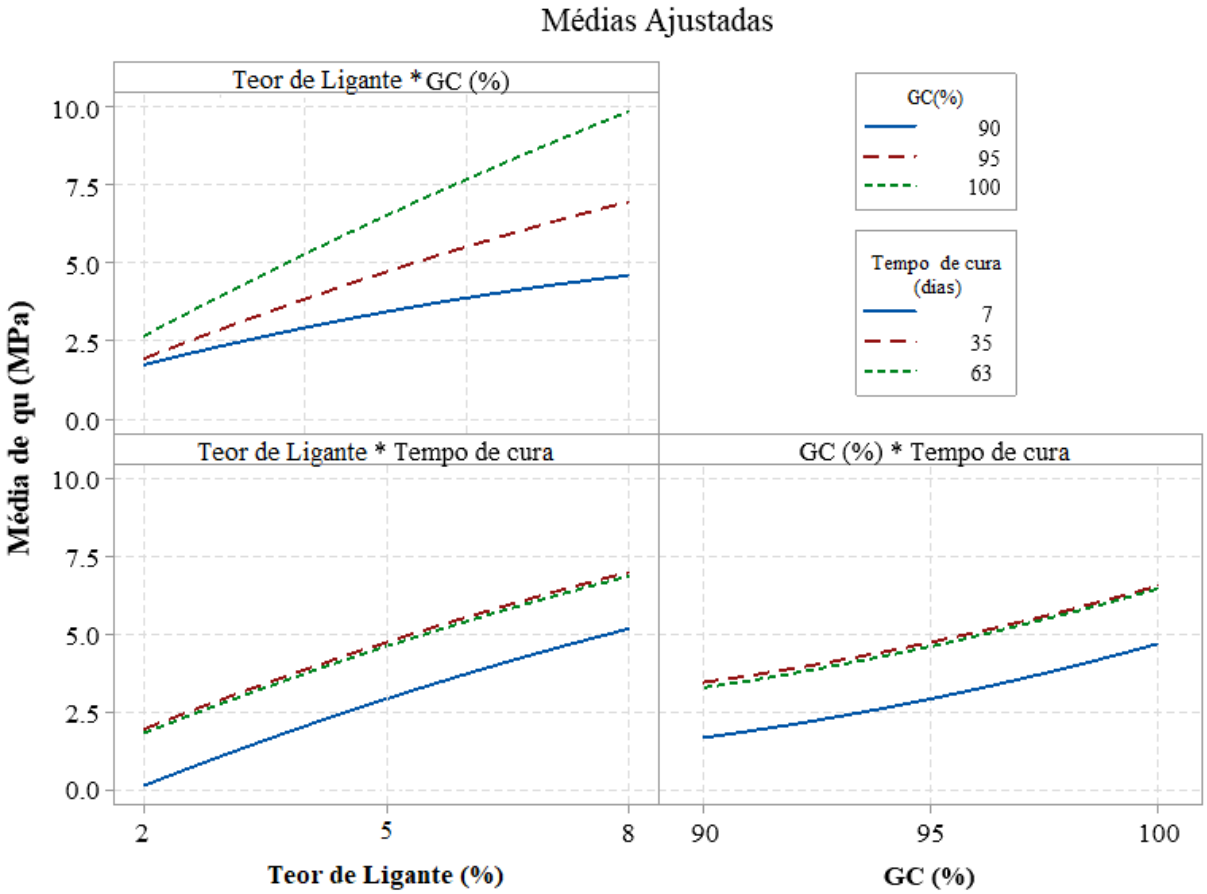



Figura 4.4 – Gráfico de interação para $q_u$ (MPa). Fonte: Autor

## 4.1.2 Modelo de regressão e método de superfície de resposta (MSR) para $q_u$

Através de um software de estatística foi definida uma equação de $q_u$ por meio de um modelo de regressão múltipla. Neste caso, a resistência é estimada a partir dos fatores controláveis. Isto permite que sejam determinadas diferentes superfícies de resposta pelo MSR. Essas diferentes superfícies de resposta são formadas por duas variáveis com a variável de resposta. Isso permite visualizar a influência de cada fator e também a interação entre os dois fatores controláveis que formam a superfície de resposta. A resposta da regressão é dada pela Equação 7, em que $q_u$ (MPa) pode ser estimada em relação aos fatores controláveis: A=Teor de ligante (%); B=GC (%); e C=Tempo de cura (dias).

$$(7)\ qu\ (MPa) = 98 - 5{,}727A - 2{,}059B + 0{,}089C - 0{,}0297AA + 0{,}01051BB - 0{,}001242CC + 0{,}07225AB$$

Conforme mencionado acima, dois fatores controláveis em relação à variável de resposta, fixando os valores de um terceiro fator controlável formam as superfícies de resposta apresentadas na Figura 4.5. Nas figuras 4.5a e 4.5c é possível verificar que o tempo de cura não exerce uma significância importante em relação a $q_u$, enquanto o teor de ligante (Figura 4.5a) e o GC (Figura 4.5c) mostraram ser fatores extremamente importantes no desenvolvimento de resistências maiores. Já na Figura 4.5b é novamente possível identificar a forte influência de GC e do teor de ligante em $q_u$, além de uma importante significância da interação entre os 2 fatores. Isto é comprovado, uma vez que é possível observar que quanto maior o GC, maior a importância do teor de ligante, causado pela aproximação entre as partículas na matriz rejeito-ligante, que geram uma melhor cimentação entre si. Como resultado, um aumento de $q_u$ é observado nesta situação.

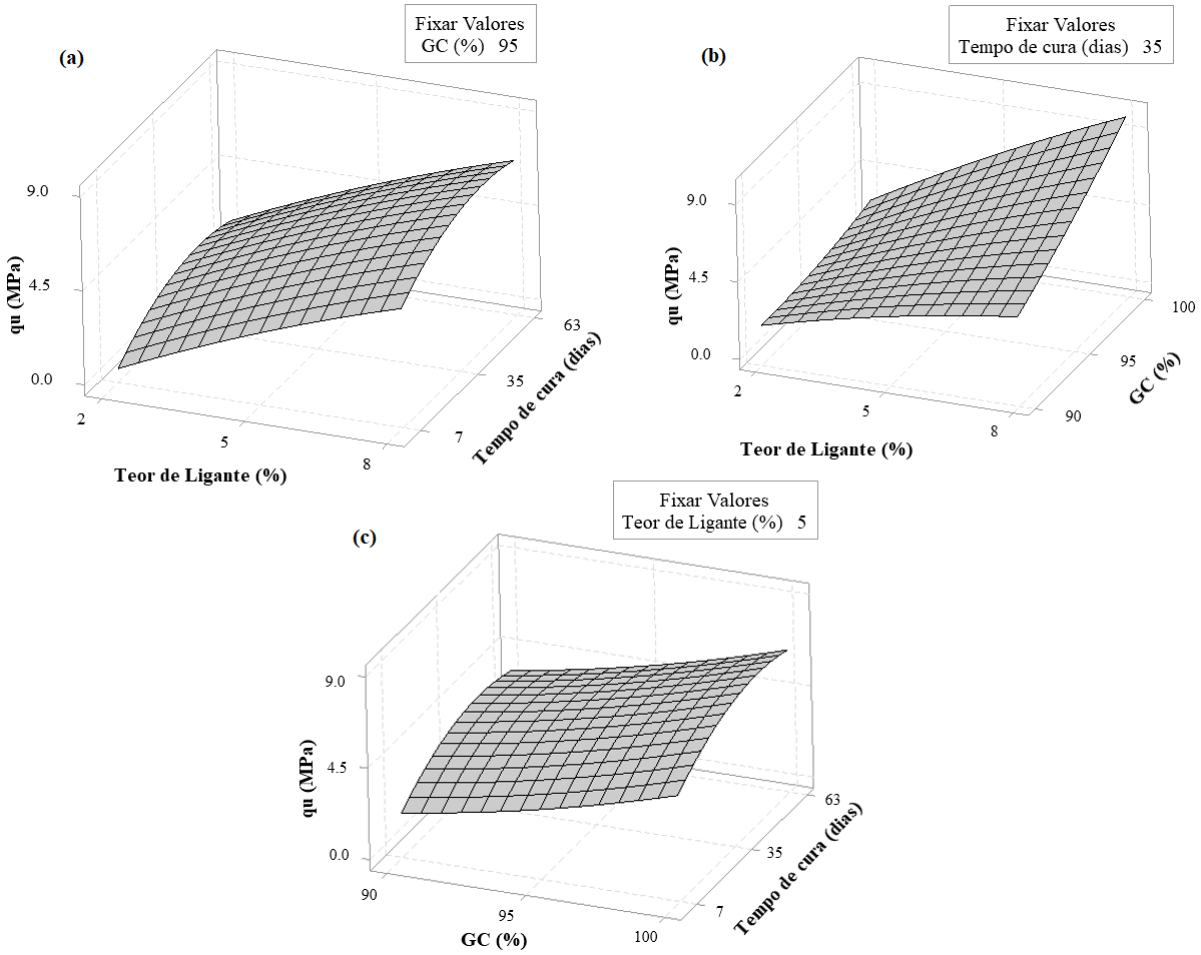



Figura 4.5 – Superfícies de resposta para $q_u$ (MPa).

Para o modelo de regressão utilizado, conforme demonstrado na Tabela 4.1, os coeficientes de determinação ($R^2$) e coeficientes de determinação ajustado ($R^2_{aj}$) foram de,

respectivamente, 99,11% e 98,81%. Estes coeficientes são importantes para avaliar a qualidade do modelo estatístico proposto. Montgomery; Runger (2018) recomendam um valor mínimo de $R^2_{aj}$=70% para previsão de variáveis de resposta para um coeficiente ajustado aos graus de liberdade do modelo. O valor de $R^2_{aj}$=98,81% obtido neste estudo é bem superior aos 70% recomendado, indicando boa qualidade para previsão de resposta de $q_u$.

A Figura 4.6 apresenta os gráficos de resíduos da ANOVA para o modelo estatístico em relação à $q_u$. A normalidade foi cumprida de forma adequada, com distribuição normal dos resíduos, observado pela proximidade dos pontos à linha normal (Figura 4.6a). No histograma da Figura 4.6c, esta normalidade pode ser confirmada, com presença apenas de alguns valores atípicos, desprezados pelo modelo estatístico. A Figura 4.6b apresenta o diagrama de resíduos versus valores ajustados, ratificando a homogeneidade dos resultados. Com o intuito de avaliar a influência da ordem dos experimentos em relação à variável de resposta ($q_u$), foi plotado o gráfico de ordem de observação pelos resíduos (Figura 4.6d). Nesta figura é possível observar a aleatoriedade dos resíduos, indicando que estes não apresentaram padrão típico de variabilidade. Isto indica que a ordem não apresentou influência no comportamento de $q_u$.

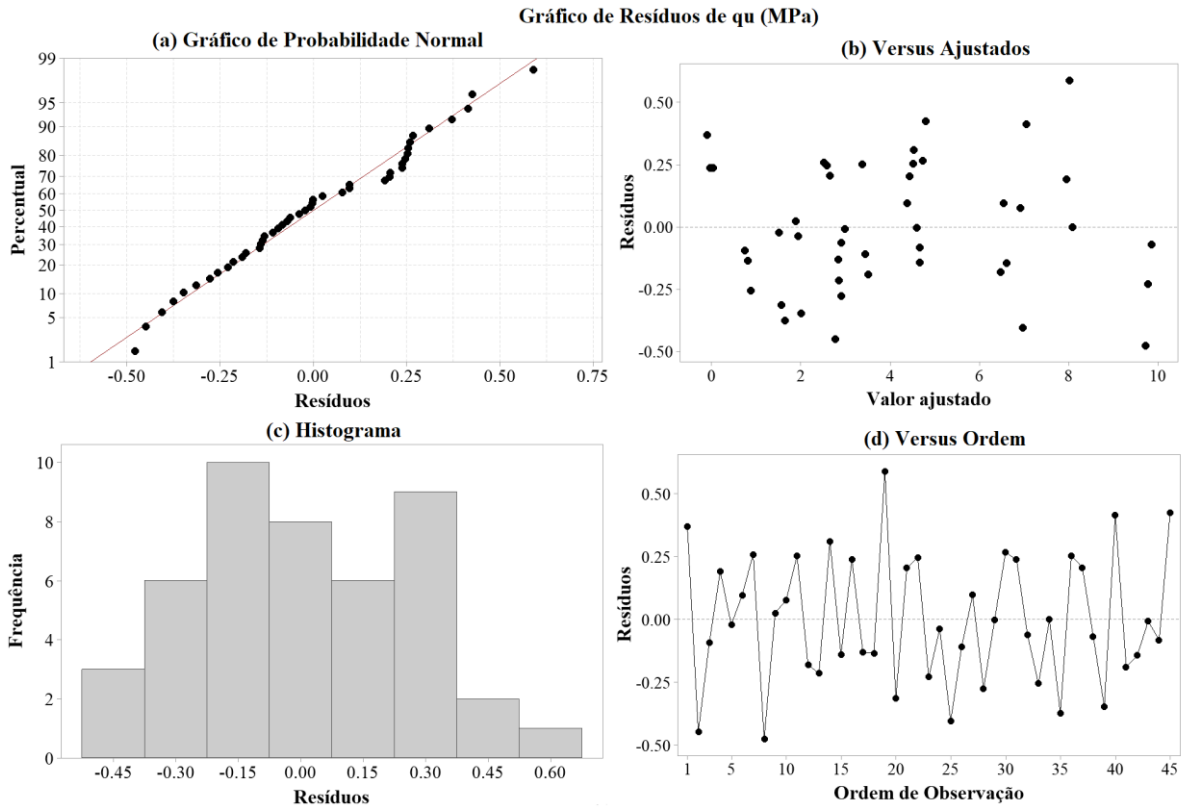



Figura 4.6 – Gráficos de resíduos para $q_u$. Fonte: Autor

## 4.2 RESULTADOS DE MÓDULO DE ELASTICIDADE PARA 50% DE DEFORMAÇÃO ($E_{50}$)

De acordo com a metodologia mencionada, o Módulo de Elasticidade Secante ($E_{50}$) foi determinado a partir da deformação para 50% de $q_u$ de cada corpo de prova. Assim, foi definido o $E_{50}$ para cada tratamento por meio do valor médio da respectiva triplicata (Figura 4.7). Assim como apresentado para $q_u$, para a rigidez também estão apresentados os valores obtidos com o ligante alcalino e com o cimento Portland, bem como para cada valor dos fatores controláveis. O máximo valor de $E_{50}$ foi obtido para o ponto máximo de todos os fatores controláveis do ligante alcalino (A100-8(63)), atingindo um valor de 2.052 MPa. Além disso, verificou-se que além do ligante alcalino ter apresentado rigidez superior ao cimento Portland para os mesmos níveis dos fatores controláveis, para 7 dias de cura, mais de 90% da rigidez já tinha sido atingida ao comparar com 63 dias de cura (A100-8(7) em relação a A100-8(63)). Ao comparar o maior valor de $E_{50}$ obtido com o rejeito de mineração de ouro estabilizado pelo ligante alcalino com estabilizado pelo cimento Portland, o desempenho obtido é de cerca de 1,9x maior. Isso deixa em evidencia o desempenho mecânico superior ($q_u$ e $E_{50}$) do ligante alcalino versus o cimento Portland (ligante convencional).

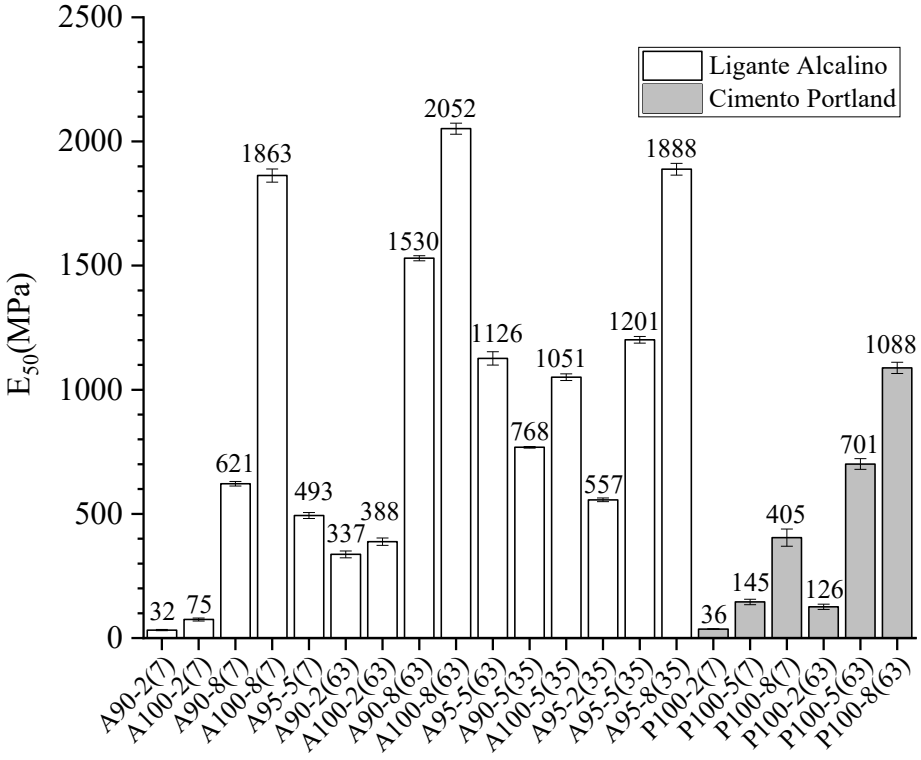



Figura 4.7 – Módulo de elasticidade ($E_{50}$) médio para cada mistura. Fonte: Autor

As Figuras 4.8 e 4.9 apresentam as curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de compressão não confinada para 7 e 63 dias de cura, respectivamente, para os níveis máximos de GC e teor de ligante para o ligante alcalino e o cimento Portland. Para 7 dias de cura, o ligante alcalino resultou em maior rigidez que o cimento Portland no trecho elástico e comportamento frágil. O desenvolvimento dos géis cimentantes álcali-ativados ocorreram de forma mais rápida do que no caso do cimento Portland, que apresentou comportamento mais dúctil. No entanto, o rejeito de mineração de ouro estabilizado pelo cimento Portland resultou em rigidez bem mais acentuada para longo prazo de cura, em relação aos 7 dias de cura. Este resultado é esperado, uma vez que o cimento Portland convencional utilizado (CP-IV) é do tipo pozolânico, com maior parcela da resistência atingida apenas com 28 dias de cura. De forma independente do tempo de cura, o ligante alcalino resultou em estrutura mais rígida e ruptura mais frágil em relação ao cimento Portland.

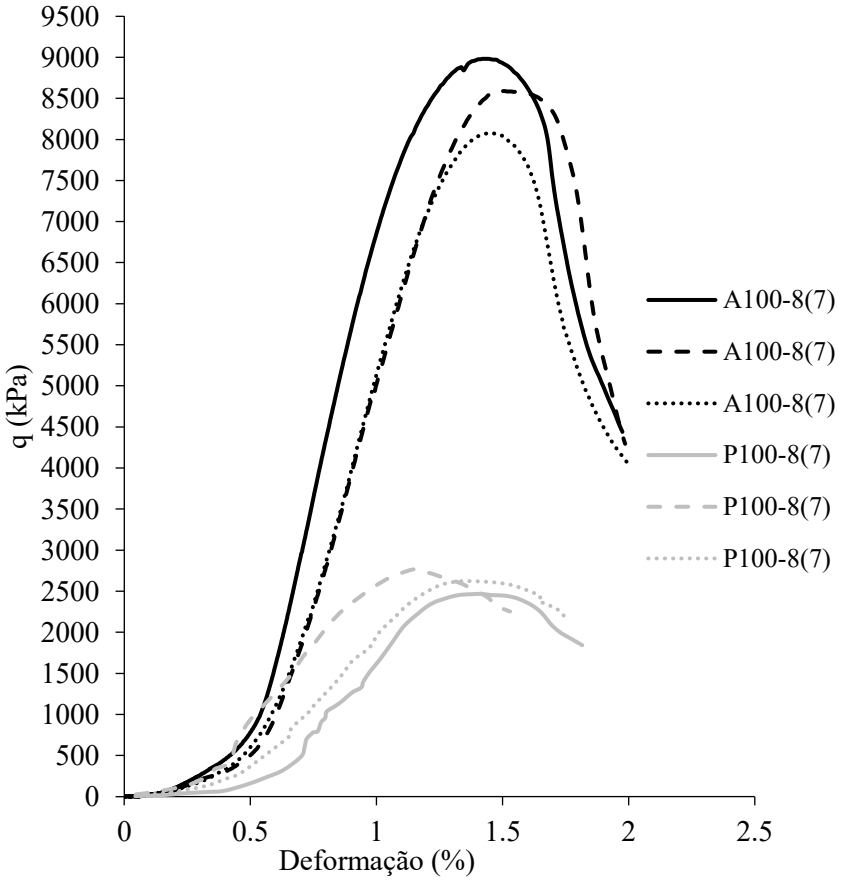



Figura 4.8 – Curvas tensão-deformação para os níveis máximos das demais variáveis e 7 dias de cura. Fonte: Autor

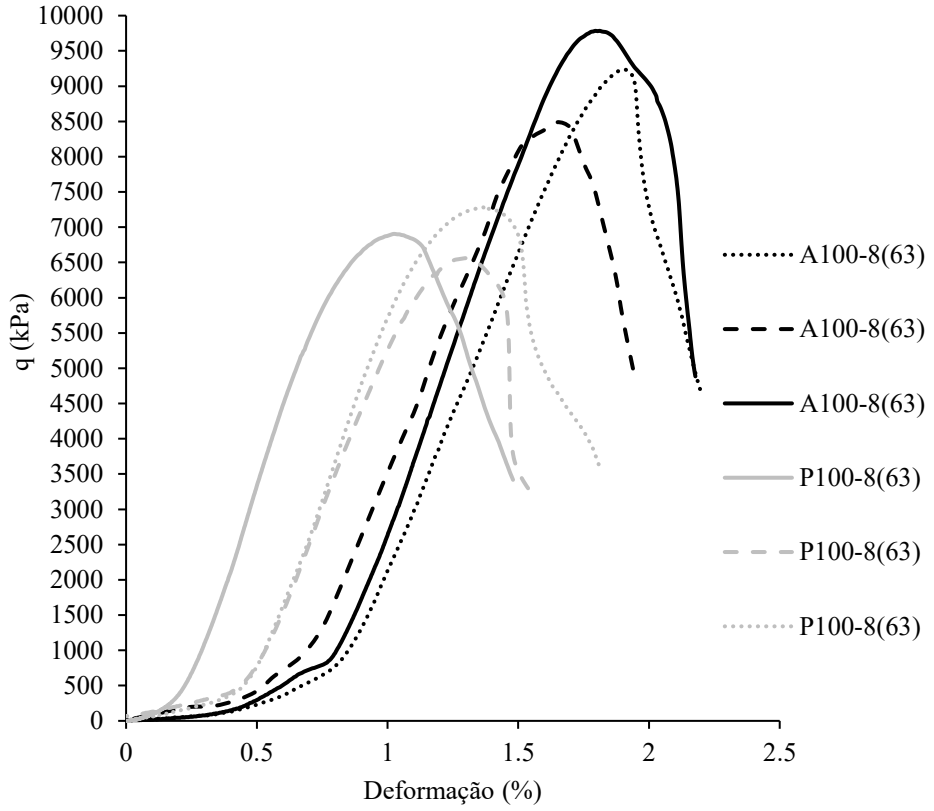



Figura 4.9 – Curvas tensão-deformação para os níveis máximos das demais variáveis e 63 dias de cura. Fonte: Autor

### 4.2.1 Análise de variância (ANOVA) do PCSO para $E_{50}$

Uma análise estatística similar à realizada para $q_u$ foi também desenvolvida para $E_{50}$. O estudo foi realizado por análise de variância (ANOVA), a fim de verificar a influência dos fatores controláveis sobre $E_{50}$, com nível de significância ($\alpha$) de 5% ou 0,05. Este nível de significância foi utilizado para analisar efeitos principais, não-linearidade e interações entre variáveis entre fatores na variável de resposta. Os resultados da ANOVA estão dispostos na Tabela 4.2. É possível observar que todos fatores analisados apresentaram significância estatística em relação à $E_{50}$. No entanto, na Figura 4.10, é possível verificar que o teor de ligante apresenta comportamento aproximadamente linear, de forma muito similar ao analisado para $q_u$. Além disso, é possível verificar a grande importância do aumento da rigidez causada pelo aumento do teor de ligante, de forma muito mais acentuada ao observado para as demais variáveis. Este resultado está diretamente relacionado com o alto nível de

significância observado para o teor de ligante no gráfico de Pareto (Figura 4.11). Já em relação ao tempo de cura e ao GC, foi possível observar uma tendência quadrática mais forte, porém que carece de análise para maiores níveis das variáveis, ficando os resultados atrelados aos níveis experimentais analisados.

Tabela 4.2 – Análise de Variância – Tabela ANOVA para $E_{50}$ (PCSO).

| Fonte | GL | SQ (Aj.) | QM (Aj.) | Valor F | Valor-P | Sig. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Modelo** | 11 | 18181114 | 1652829 | 89,04 | 0 | |
| Blocos | 2 | 9851 | 4926 | 0,27 | 0,769 | |
| **Linear** | 3 | 15968445 | 5322815 | 286,75 | 0 | |
| Teor de Ligante (%) | 1 | 12937542 | 12937542 | 696,96 | 0 | Sim |
| GC (%) | 1 | 1375558 | 1375558 | 74,1 | 0 | Sim |
| Tempo de cura (dias) | 1 | 1655345 | 1655345 | 89,18 | 0 | Sim |
| **Quadrado** | 3 | 878939 | 292980 | 15,78 | 0 | |
| Teor de Ligante (%)*Teor de Ligante (%) | 1 | 210070 | 210070 | 11,32 | 0,002 | Sim |
| GC (%)*GC (%) | 1 | 169921 | 169921 | 9,15 | 0,007 | Sim |
| Tempo de cura (dias)*Tempo de cura (dias) | 1 | 474610 | 474610 | 25,57 | 0,005 | Sim |
| **Interação com 2 Fatores** | 3 | 1323879 | 441293 | 23,77 | 0 | |
| Teor de Ligante (%)*GC (%) | 1 | 1047980 | 1047980 | 56,46 | 0 | Sim |
| Teor de Ligante (%)*Tempo de cura (dias) | 1 | 86216 | 86216 | 4,64 | 0,039 | Sim |
| GC (%)*Tempo de cura (dias) | 1 | 189682 | 189682 | 10,22 | 0,003 | Sim |
| Erro | 33 | 612572 | 18563 | | | |
| Total | 44 | 18793686 | | | | |

**Sumário do Modelo**

**S (desvio padrão)=**136,245
**$R^2$**=96,74%
**$R^2$(ajustado para graus de liberdade)**=95,65%
**$R^2$(previsto)**=93,82%
GL= Graus de liberdade; SQ=Somas ajustadas de quadrados; QM= Média dos quadrados ajustados; Sig=Significância

Fonte: Autor

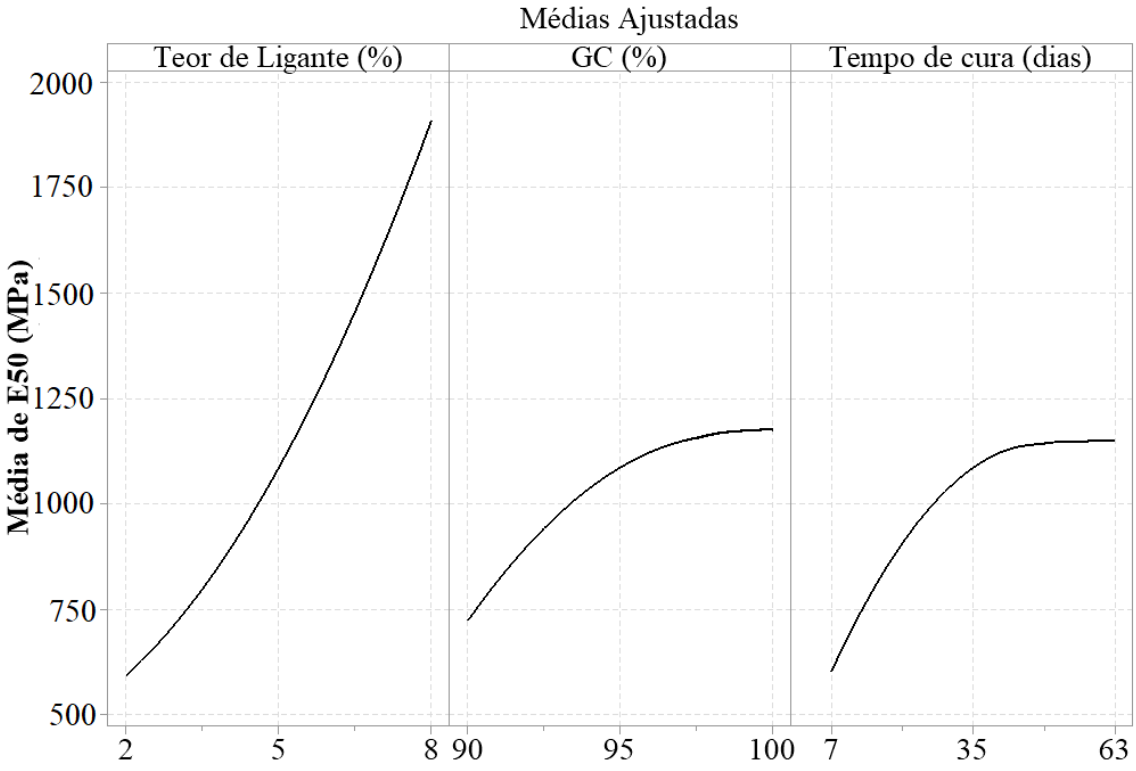



Figura 4.10 – Gráfico de efeitos principais para $E_{50}$. Fonte: Autor

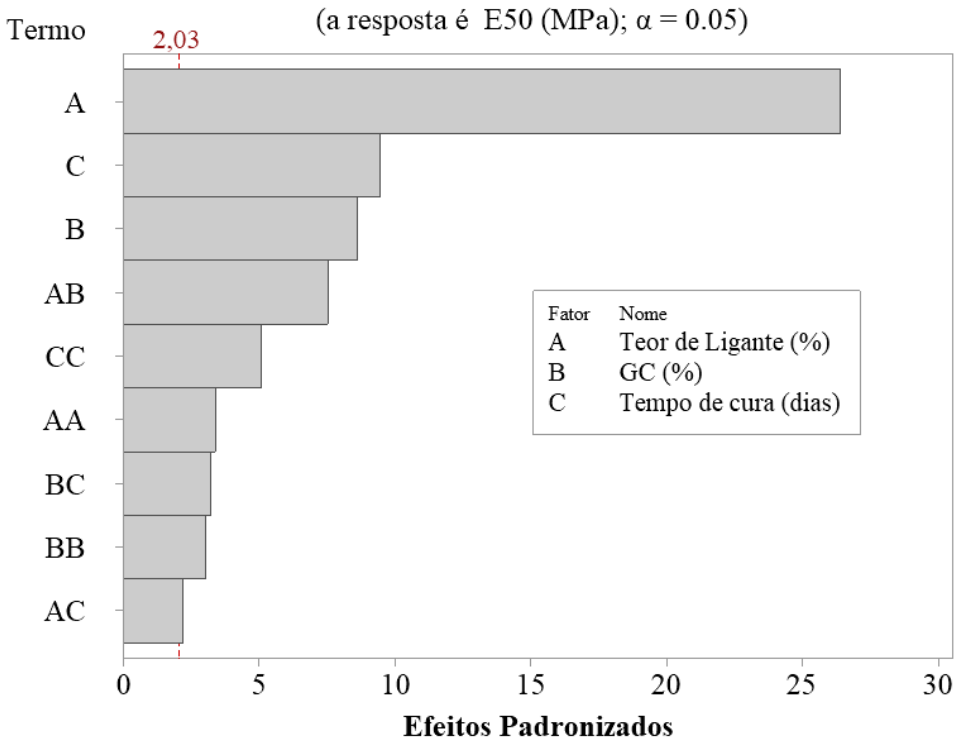



Figura 4.11 – Gráfico de Pareto para $E_{50}$. Fonte: Autor

Ainda na Figura 4.11, é possível verificar a baixa significância entre a variável tempo de cura e os outros dois fatores controláveis, enquanto a interação entre o teor de ligante e o GC é muito mais forte na influência obtida para $E_{50}$. Estas interações podem ser observadas na Figura 4.12. Quando observado o tempo de cura versus teor de ligante e GC, verifica-se uma pequena variação no desenvolvimento das curvas (apesar do cruzamento entre si), que apontam uma pequena significância na interação entre os fatores. Já para o teor de ligante em relação ao GC, é possível verificar um aumento muito mais acentuado de $E_{50}$ para o valor máximo de GC. Este resultado está de acordo com o observado para $q_u$, o qual uma maior energia de compactação resulta em mais partículas de dos materiais do ligante em contato, proporcionando uma matriz cimentante mais rígida.

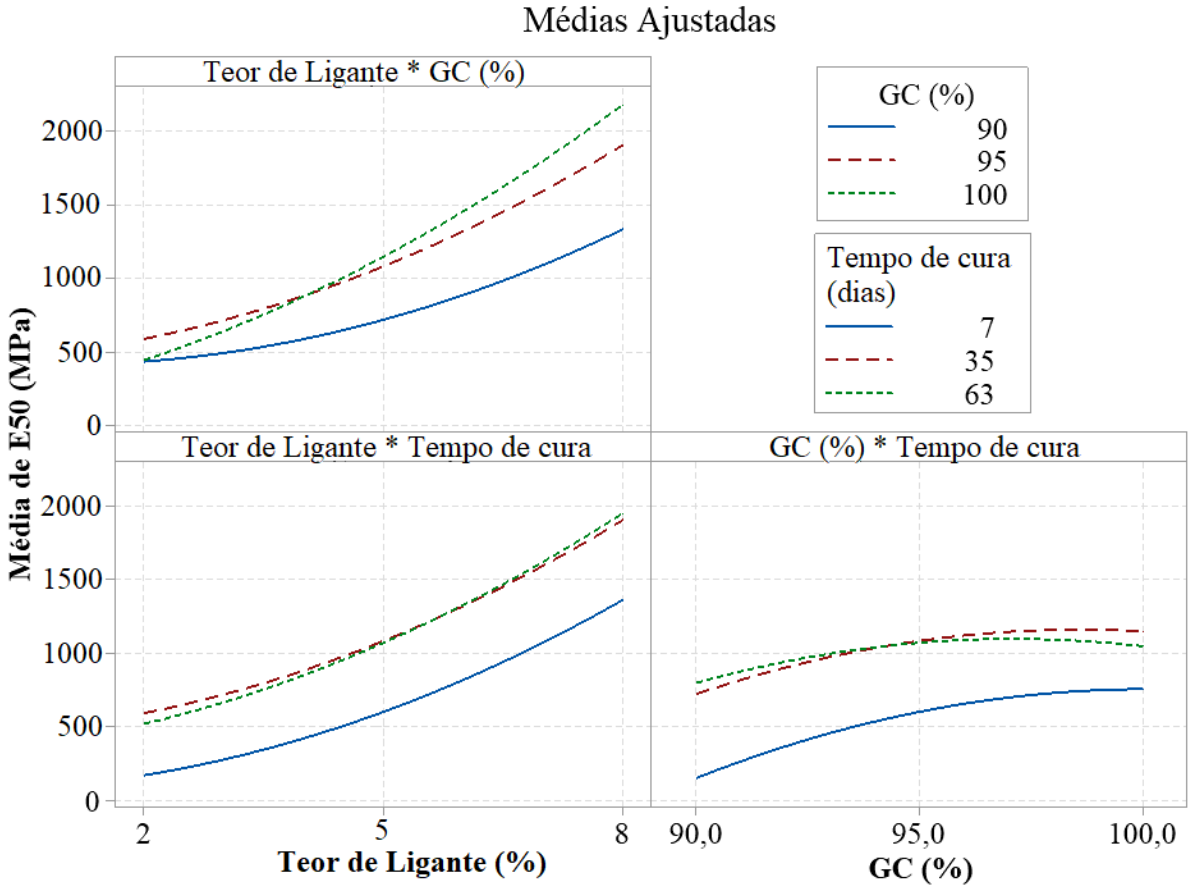



Figura 4.12 – Gráfico de interação para $E_{50}$. Fonte: Autor

## 4.2.2 Modelo de regressão e método de superfície de resposta (MSR) para $E_{50}$

Assim como para $q_u$, foi definida uma equação de $E_{50}$ por meio de um modelo de regressão múltipla através de um software de estatística. Isto permite que sejam determinadas diferentes superfícies de resposta pelo MSR. Assim, pode ser visualizado a influência de cada fator e

também a interação entre os dois fatores controláveis que formam a superfície de resposta de $E_{50}$. A resposta da regressão é dada pela Equação 8, em que $E_{50}$ (MPa) pode ser estimada em relação aos fatores controláveis: A=Teor de ligante (%); B=GC (%); e C=Tempo de cura (dias).

$$(8)\ E50\ (MPa) = -53246 - 1313A + 1123B + 87{,}3C + 18{,}34AA - 5{,}94BB - 0{,}3164CC + 13{,}93AB + 0{,}714AC - 0{,}635BC$$

As superfícies de respostas para $E_{50}$ estão apresentadas na Figura 4.13. Nas figuras 4.13a e 4.13b, o teor de ligante mostrou ser um fator extremamente importante no desenvolvimento de rigidezes maiores. A importante significância da interação entre os dois fatores (GC e teor de ligante), analisada anteriormente, também pode ser verificada na Figura 4.13b. Assim como para as discussões anteriores, o tempo de cura não teve uma visível influência significativa, uma vez que conforme o tempo de cura é aumentado, os resultados não aumentam significantemente. De forma geral, tanto para $q_u$ quanto para $E_{50}$, 7 dias de cura foram suficientes para desenvolvimento de boa parte das reações de polimerização do ligante alcalino. O excelente desempenho mecânico obtido pelo ligante alcalino está de acordo com os resultados obtidos em estudos anteriores, quando utilizado silicato e hidróxido de sódio em conjunto como ativadores (Fernández-Jiménez *et al.*, 1999; Fernández-Jiménez; Puertas, 2003; Wang *et al.*, 1994). O rápido endurecimento induzido pelo silicato de sódio e a alta resistência final pela ativação da EGAF explicam o desempenho mecânico obtido pela EGAF ativada por SS e do HS.

Para o modelo de regressão utilizado, os coeficientes de determinação ($R^2$) e coeficientes de determinação ajustado ($R^2_{aj}$) foram de, respectivamente, 96,74% e 95,65%. O valor de $R^2_{aj}$ obtido é satisfatório para previsão de $E_{50}$, de acordo com o valor mínimo de 70% indicado por Montgomery; Runger (2018).

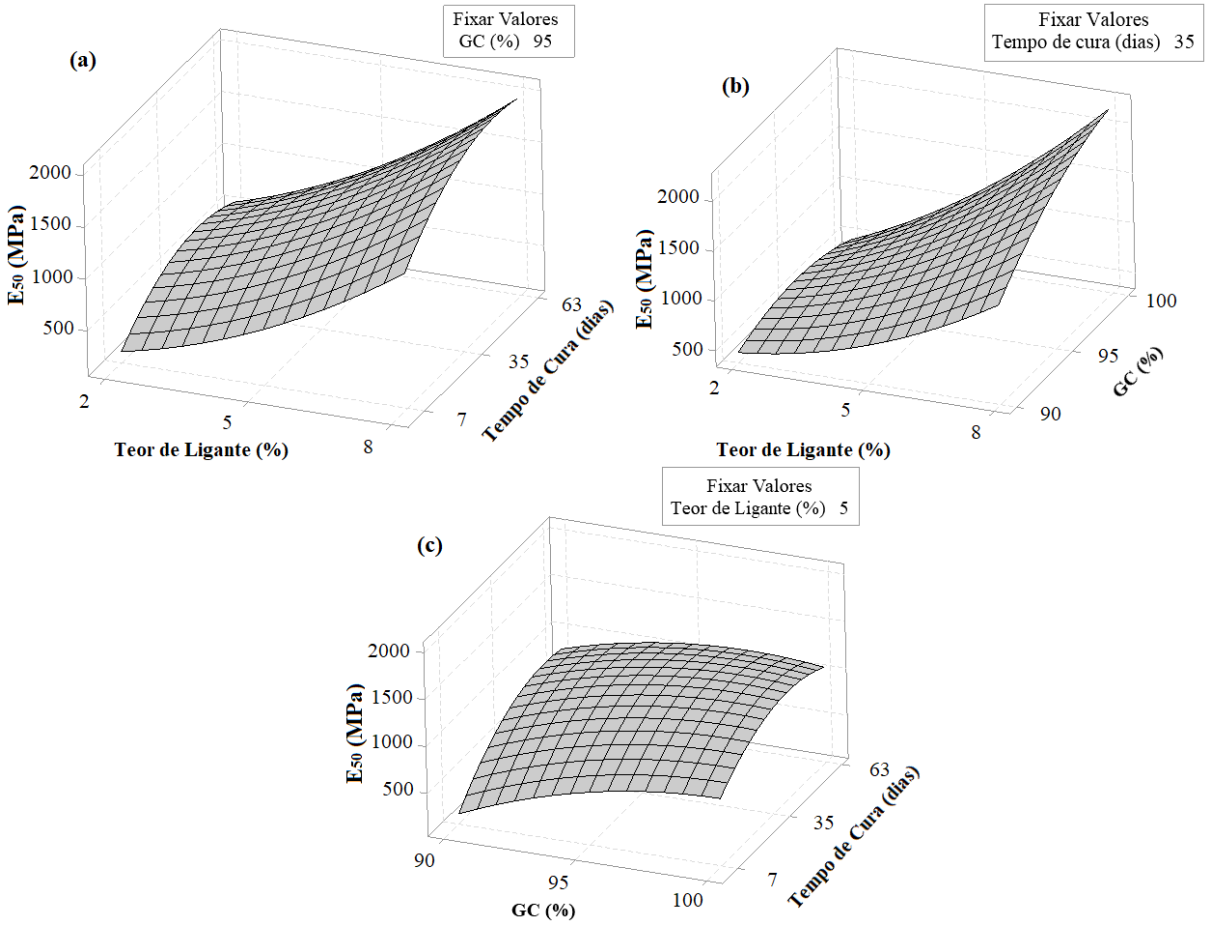



Figura 4.13 – Superfícies de resposta para $E_{50}$ (MPa). Fonte: Autor

A Figura 4.14 apresenta os gráficos de resíduos da ANOVA para o modelo estatístico proposto em relação à $E_{50}$. A normalidade foi cumprida de forma adequada, com distribuição normal dos resíduos, observado pela proximidade dos pontos à linha normal (Figura 4.14a). No histograma da Figura 4.14c, esta normalidade pode ser confirmada, com presença apenas de alguns valores atípicos, desprezados pelo modelo estatístico. A Figura 4.14b apresenta o diagrama de resíduos versus valores ajustados, ratificando a homogeneidade dos resultados. A aleatoriedade dos resíduos, sem padrão típico de variabilidade, indica que a ordem dos experimentos não influenciou a variável de resposta ($E_{50}$) (Figura 4.14d).

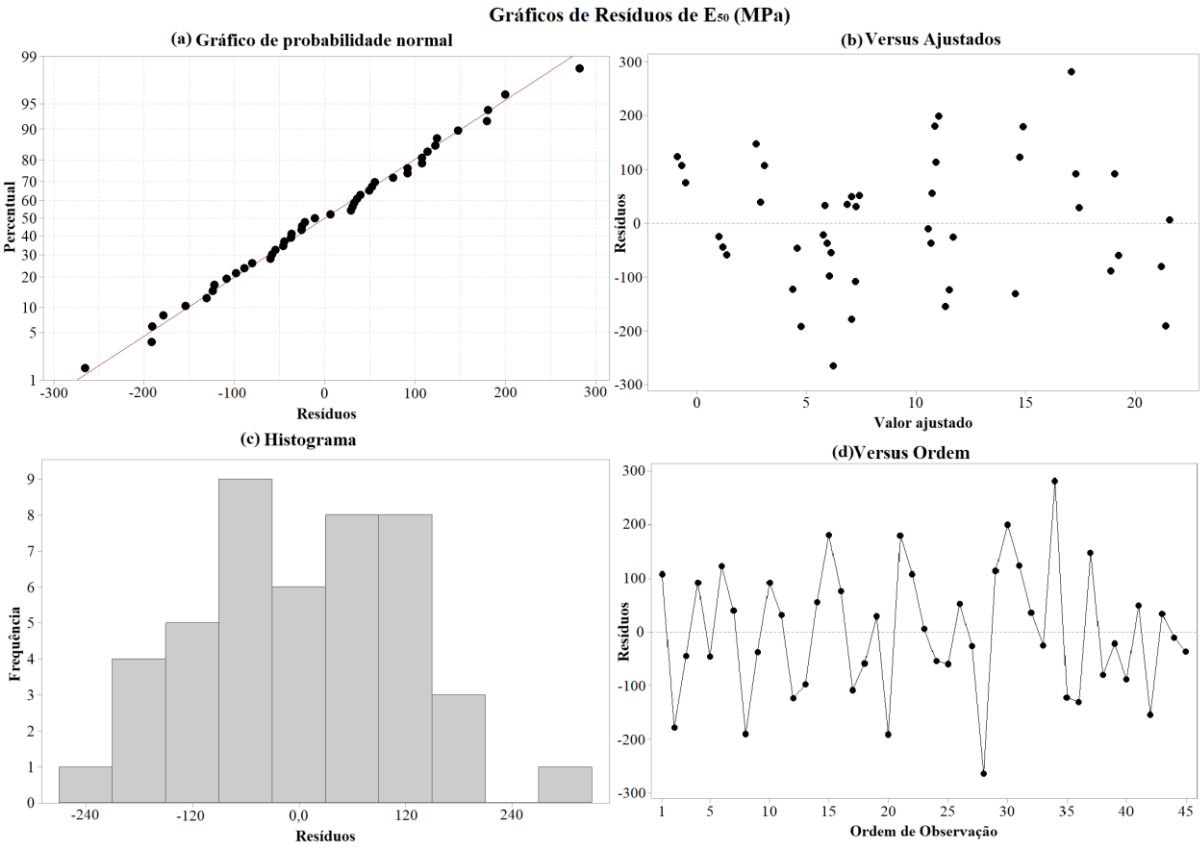



Figura 4.14 – Gráficos de resíduos para $E_{50}$. Fonte: Autor

Como os fatores controláveis afetaram de forma muito similar a resistência ($q_u$) e a rigidez ($E_{50}$), espera-se uma certa linearidade entre as duas variáveis de resposta. A Figura 4.15 apresenta os resultados de $q_u$ e $E_{50}$ com a tendência de linearidade apresentada por um $R^2$ de 89,21%. São registrados valores de $E_{50}$ de 100 a 230 vezes o valor de $q_u$. Estes valores estão muito próximos aos observados em pesquisas anteriores que relacionam a resistência com a rigidez (EuroSoilStab, 2010; Lemos *et al.*, 2020; Lotero, 2020; Nunez, 2022).

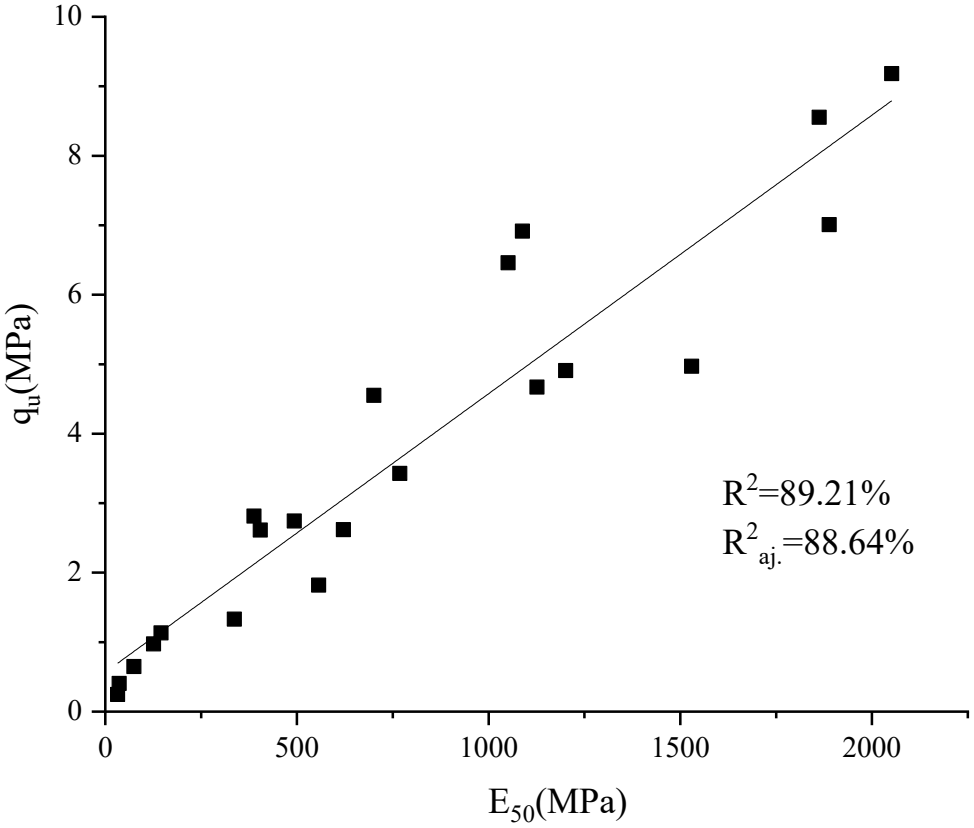



Figura 4.15 – Gráfico de $q_u$ vs $E_{50}$. Fonte: Autor

## 4.3 ENSAIOS DE DURABILIDADE

Os ensaios de durabilidade foram realizados conforme explanado no item 3.3.7 e foram avaliados a partir da Perda de Massa Acumulada (PMA). A partir dos resultados obtidos nos ensaios de compressão não-confinada (apresentados no item 4.2), foram selecionadas 4 diferentes misturas para realizar os ensaios de durabilidade. A primeira mistura adotada foi a de maior resistência obtida utilizando ligante álcali-ativado em 7 dias de cura. O tratamento em questão possui GC=100%, equivalente a 19,45kN/m³, e 8% de teor de ligante (A100-8(7)). Após, foram definidas outras três misturas: 1) com ligante alcalino, GC=100% e 2% de teor de ligante, para verificar a influência do teor de ligante na PMA; 2) com cimento Portland, GC=100% e 8% de teor de ligante, para avaliar o efeito do tipo de ligante; e 3) com ligante alcalino, GC=90% e 8% de teor de ligante, para avaliar o efeito do grau de compactação. Os resultados de PMA por cada ciclo estão apresentados na Figura 4.16, com valores totais ao fim dos ensaios iguais a: A100-8(7)=1,39%; A100-2(7)=10,54%; P100-8(7)=2,97%; e A90-8(7)=2,05%. Nas Figuras 4.17a e 4.17b é possível visualizar os danos

superficiais sofridos pelos CPs A100-8(7) e A100-2(7), respectivamente, assim como nas Figuras 4.18a e 4.18b estão apresentados os CPs P100-8(7) e A90-8(7), respectivamente.

O teor de ligante foi fundamental para garantir uma boa durabilidade, comprovado pelo comparativo do PMA de 1,39% para o CP A100-8(7), de 8% de ligante, com uma PMA de 10,54% do CP A100-2(7), de 2% de ligante. Quanto maior o teor de ligante, mais produtos de reação cimentando as partículas. Além disso, o GC também teve efeito sobre a PMA, sendo o valor de 1,39% para GC=100% em relação a uma PMA=2,05% para GC=90%, ambos com 8% de ligante. Isto indica a importância da densidade de compactação no desenvolvimento e evolução do ligante álcali-ativado. Maiores valores de GC e teor de ligante, proporcionaram maior contato, intertravamento e cimentação entre as partículas, garantindo uma menor PMA a cada ciclo de molhagem e secagem. Um efeito similar foi obtido por (Ferrazzo, 2023; Lotero, 2020; Pereira dos Santos, 2021; Pompermaier *et al.*, 2024).

No entanto, em relação ao tipo de ligante, o ligante álcali-ativado resultou em uma menor PMA (assim como maior $q_u$) do que o cimento Portland, resultado contrário ao obtido por (Ferrazzo, 2023; Pereira dos Santos, 2021). Cabe ressaltar que ambos os estudos utilizaram uma álcali-ativação de cinza de cana de açúcar e cal. Ferrazzo (2023) relatou que possivelmente o pior resultado obtido para o ligante alcalino seria pela possibilidade de formação de microfissuras de retração maior com o ligante álcali-ativado do que no caso do cimento Portland, fato relatado por Torres-Carrasco (2015).

Por outro lado, os resultados obtidos no presente estudo estão de acordo com outros estudos anteriores. Os principais produtos de hidratação do cimento Portland são géis C-S-H com altas relações Ca/Si, Portlandita e etringita, enquanto os cimentos de escória álcali-ativada são géis C-S-H de baixa relação Ca/Si, com produtos secundários em relação ao ativador utilizado, sendo principalmente, géis C-A-S-H para silicato e hidróxido de sódio (Shi; Qian, 2000). Os autores relataram a presença de zonas porosas na interface entre agregados e pasta de cimento em argamassas de cimento Portland, preenchidas por Portlandita cristalina e etringita. Essas regiões enfraquecem a força de ligação entre pastas e agregados, diminuindo sua durabilidade.

Além disso, Shi; Day (1996) relatam que esta zona porosa não ocorre em argamassas de escória álcali-ativada. Este pode ser um importante fator que explique o desempenho de durabilidade superior observado para o LAA desta pesquisa, de acordo com a semelhança entre os ligantes citados e os utilizados nesta pesquisa. Logo, o maior grau de organização dos

géis cimentantes impostos pelas reações de polimerização por condensação do ligante alcalino, induzem uma melhor resistência e capacidade de resistir a esforços de intempéries representados pelos ciclos de molhagem-secagem.

Em concordância com o presente trabalho, outros estudos destacam o superior desempenho do LAA. Compostos cimentícios de escória álcali-ativada também apresentaram durabilidade superior do que o cimento Portland em ciclos de molhagem-secagem em água salina (Luga *et al.*, 2024), em ciclos de congelamento-degelo e alta estabilidade quando submetido a altas temperaturas (Pacheco-Torgal *et al.*, 2012).

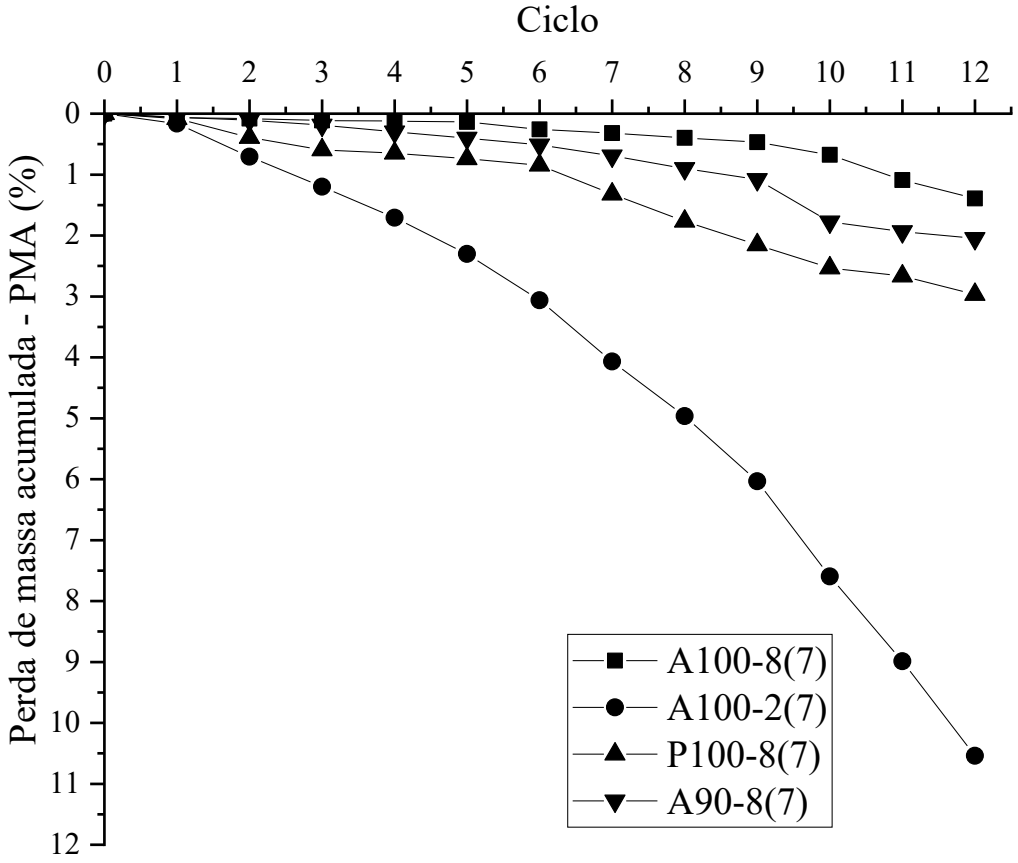
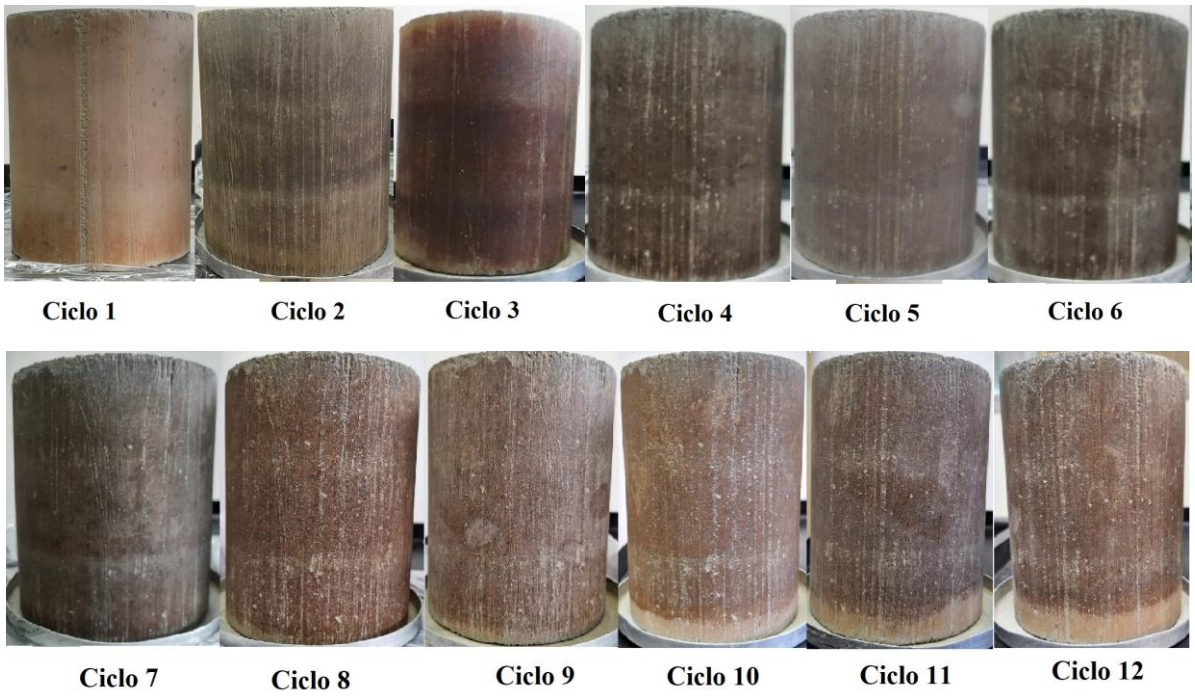
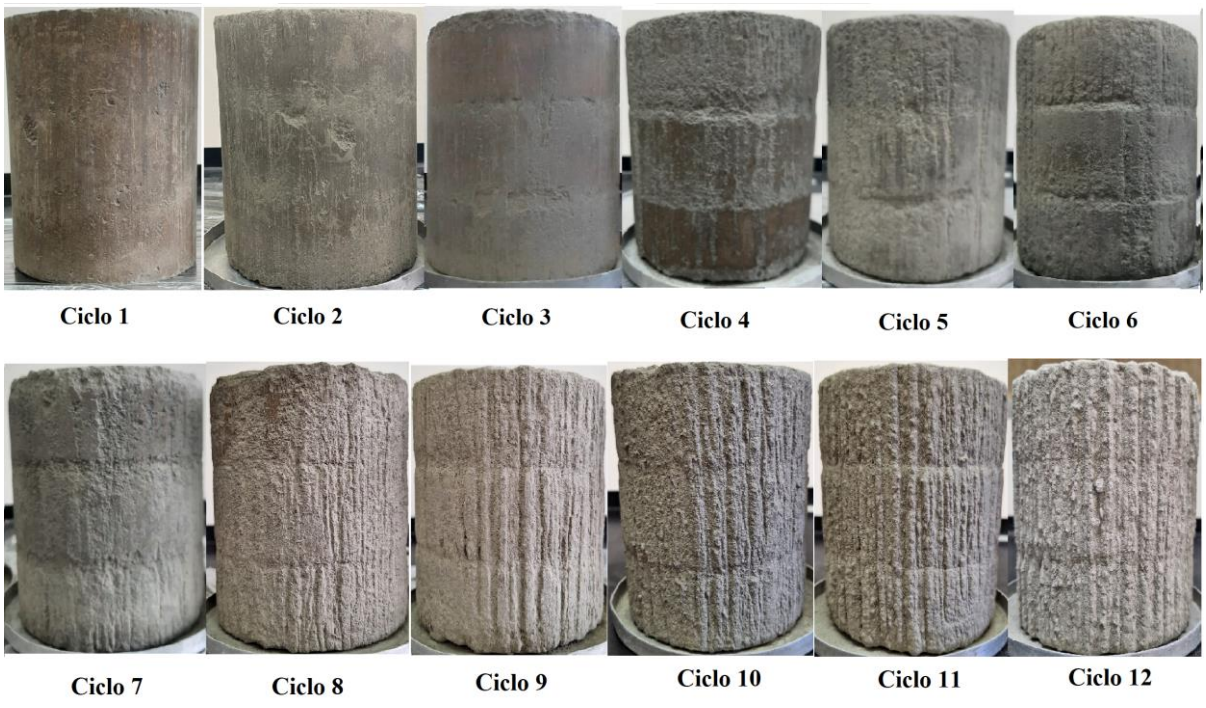



Figura 4.16 – Perda de massa acumulada (PMA) por ciclo. Fonte: Autor




(a)

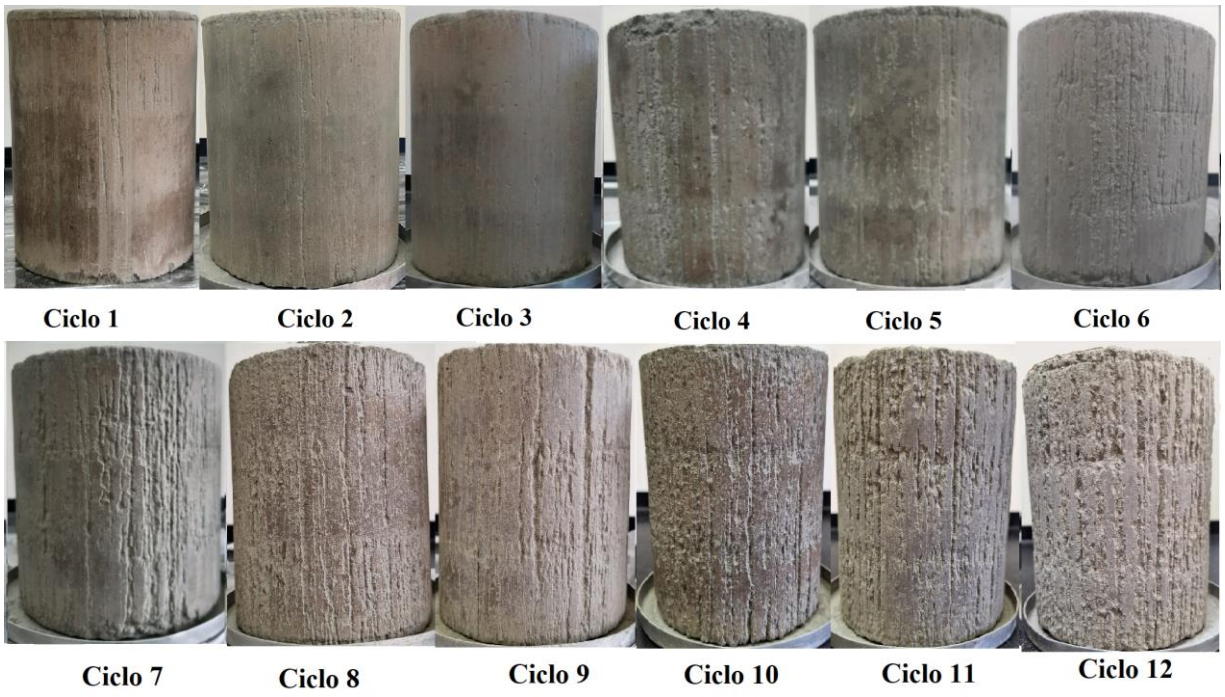



(b)

Figura 4.17 – Danos de cada CP por ciclo de molhagem e secagem para (a) A100-8(7) e (b) A100-2(7). Fonte: Autor




(a)




(b)

Figura 4.18 – Danos de cada CP por ciclo de molhagem e secagem para (a) P100-8(7) e (b) A90-2(7). Fonte: Autor

## 4.4 RELAÇÕES DO ÍNDICE POROSIDADE/TEOR VOLUMÉTRICO DE LIGANTE

Os cálculos dos índices porosidade por teor volumétrico de ligante foram determinados de acordo com a Equação 9. Foi empregado um coeficiente de ajuste interno de 0,28, já utilizado em estudos anteriores com solos siltosos e argilosos artificialmente cimentados (Consoli *et al.*, 2007, 2016a, 2018a). O coeficiente de ajuste externo foi diferente para o ligante alcalino e para o cimento Portland. Nesta equação, A é um escalar; η é a porosidade do CP; $C_{iv}$ é o teor volumétrico de cimento; $B_{iv}$ é o teor volumétrico de agente cimentante (alcalino); b é o expoente de ajuste externo. A porosidade foi determinada de acordo com a Equação 10 para o ligante alcalino e Equação 11 para o cimento Portland, na qual $\gamma_d$.é o peso específico aparente seco do CP de moldagem; LA, CPIV e RMO são os conteúdos de ligante alcalino, cimento Portland CPIV e rejeito de mineração de ouro, respectivamente; $\gamma_{S\,LA}$, $\gamma_{S\,CPIV}$, $\gamma_{S\,RMO}$ são os pesos específicos reais dos grãos de ligante alcalino, cimento Portland CPIV e rejeito de mineração de ouro, respectivamente. Os parâmetros volumétricos $B_{iv}$ e $C_{iv}$ foram calculados pelas Equações 12 e 13, respectivamente, nas quais $W_{LA}$, $W_{CPIV}$, são os pesos totais de ligante alcalino e cimento Portland CPIV; e V=volume total da mistura compactada.

$$(qu; E50) = A\left[\frac{\eta}{(C_{iv}, B_{iv})^{0,28}}\right]^{-b} \tag{9}$$

$$\eta = 100 - 100\left\{\left[\frac{\gamma_d}{\frac{LA}{100} + \frac{RMO}{100}}\right]\left[\frac{\frac{LA}{100}}{\gamma_{S\,LA}} + \frac{\frac{RMO}{100}}{\gamma_{S\,RMO}}\right]\right\} \tag{10}$$

$$\eta = 100 - 100\left\{\left[\frac{\gamma_d}{\frac{CPIV}{100} + \frac{RMO}{100}}\right]\left[\frac{\frac{CPIV}{100}}{\gamma_{S\,CPIV}} + \frac{\frac{RMO}{100}}{\gamma_{S\,RMO}}\right]\right\} \tag{11}$$

$$B_{iv} = \frac{V_{LA}}{V} = \frac{\frac{W_{LA}}{\gamma_{S\,LA}}}{V} \tag{12}$$

$$C_{iv} = \frac{V_{CPIV}}{V} = \frac{\frac{W_{CPIV}}{\gamma_{S\,CPIV}}}{V} \tag{13}$$

### 4.4.1 Relação de $q_u$ x $\eta/B_{iv}$

A Figura 4.19 e a Figura 4.20 correlacionam os resultados de $q_u$ com os índices $\eta/B_{iv}$ e $\eta/C_{iv}$ para o RMO estabilizado pelo ligante alcalino e pelo cimento Portland, respectivamente. Para

ambos a equação da curva foi ajustada por um expoente externo de -4. A partir dos gráficos de interação para $q_u$ (Figura 4.4), é possível verificar que para ambas as interações do tempo de cura as curvas de 35 e 63 dias ficaram quase sobrepostas. Isso significa que após 35 dias o tempo de cura não tem significância. Logo, para o ligante alcalino, os corpos de prova foram agrupados para 35 e 63 dias, enquanto que os tratamentos de 7 dias de cura foram plotados separadamente, com tendências de $R^2$=0,91 e 0,98, respectivamente. Para o cimento Portland, devido ao elevado ganho de resistência observado com o aumento do tempo de cura, os CPs foram agrupados também em 2 curvas, uma para 7 e outra para 63 dias de cura (Figura 4.20), com $R^2$=089 e $R^2$=0,94, respectivamente. Os coeficientes de determinação elevados sugerem que as equações determinadas pela regressão dos resultados podem ter viabilidade para previsão de $q_u$, portanto para uso como dosagem para atingir determinada resistência. Por exemplo, utilizando o ligante alcalino, para atingir um valor de $q_u$ mínimo de 2,1 MPa aos 7 dias para uso como camada do pavimento (ABNT, 2012), é necessário um índice $(\eta/B_{iv})^{0,28}$=27,5. A partir deste valor, podem ser selecionadas combinações entre porosidade e teor de ligante para atingir a resistência alvo. O mesmo procedimento pode ser adotado com diferentes requisitos de resistência à compressão não confinada de diferentes normas (AUSTROADS, 2017; JAE, 1995; PCA, 1995; USACE, 1984).

De acordo com as Figuras 4.19 e 4.20, confirmando os resultados obtidos no estudo estatístico, menores valores de porosidade e maiores teores de ligante (ou seja, menores valores de $\eta/B_{iv}$ e $\eta/C_{iv}$) resultaram em maiores resistências. A redução da porosidade induz um maior contato entre partículas, portanto aumento do número de contatos para cimentação e um maior atrito, resultando em uma matriz mais resistente. O aumento da quantidade de ligante disponível proporciona um aumento da precipitação do produto cimentante, resultando em uma matriz mais resistente. Logo, para obtenção de maiores resistências, em uma etapa de projeto, pode-se optar pela redução da porosidade, por meio de uma maior energia de compactação, ou pelo aumento do teor de ligante. Cada caso pode deve ser estudado economicamente ou por análise ambiental de ciclo de vida, verificando a melhor opção. Estudos anteriores mostraram que o aumento da densidade constitui medida mais sustentável na estabilização de solos (Da Rocha *et al.*, 2016). Ao comparar os diferentes tipos de ligantes, é possível observar que o valor do escalar "A" para o ligante alcalino é sempre superior àquele obtido para o cimento Portland. Isso confirma o melhor desempenho mecânico obtido pelo ligante alcalino, mesmo quando comparado com elevados tempos de cura do cimento Portland.

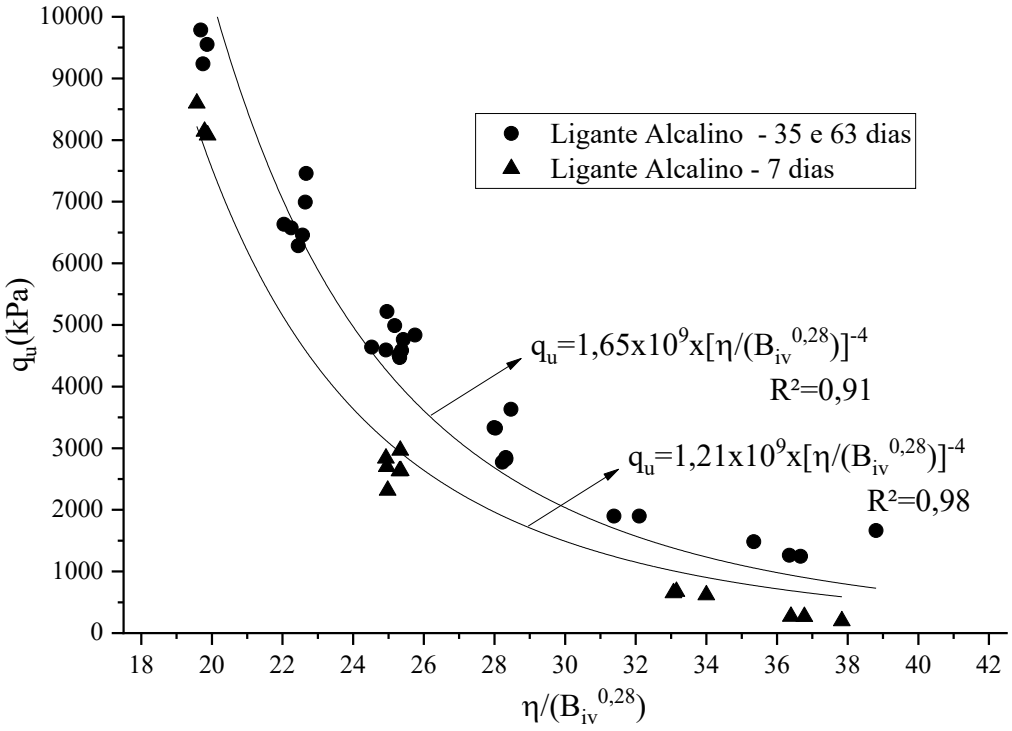



Figura 4.19 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $q_u$ para o ligante alcalino. Fonte: Autor

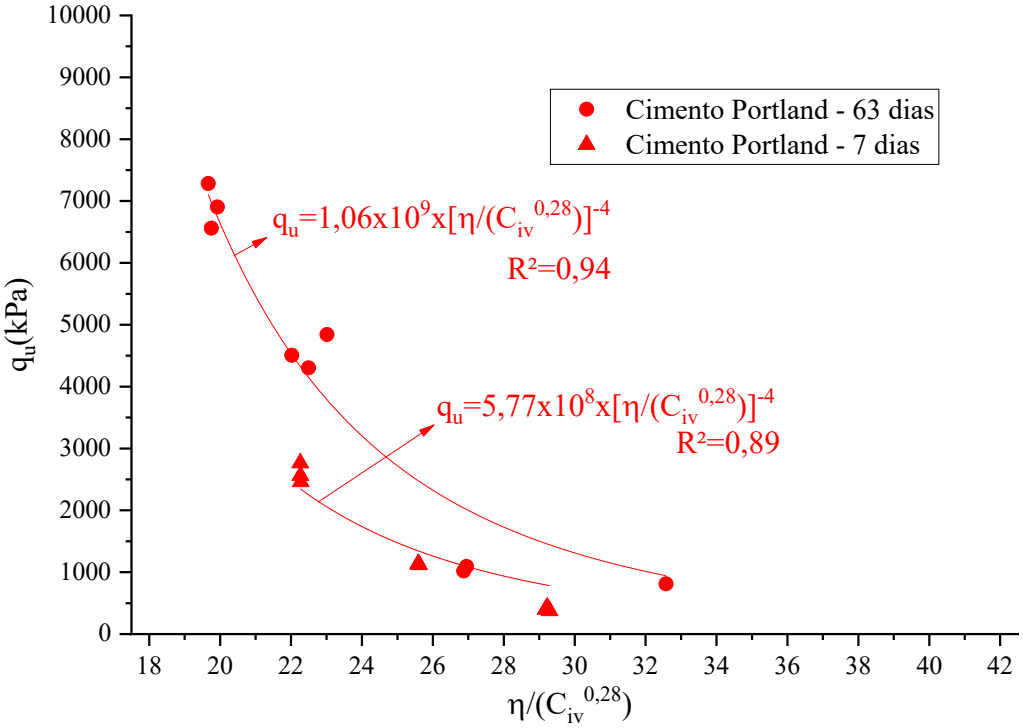



Figura 4.20 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $q_u$ para o cimento Portland. Fonte: Autor

## 4.4.2 Relação de $E_{50}$ x $\eta/B_{iv}$

A Figura 4.21 e a Figura 4.22 correlacionam os resultados de $E_{50}$ com os índices $\eta/B_{iv}$ e $\eta/C_{iv}$ para o RMO estabilizado pelo ligante alcalino e pelo cimento Portland, respectivamente. Assim como feito para $q_u$, para o ligante alcalino e para o cimento Portland a equação da curva foi ajustada por um expoente externo de -4. As curvas de RMO estabilizado foram separadas por tempo de cura. Observa-se, assim como para $q_u$ e pelos mesmos motivos, a maximização da rigidez para menores valores de porosidade e maiores teores de ligantes, traduzidos por menores valores de $\eta/B_{iv}$ e $\eta/C_{iv}$. Este resultado corrobora a análise anteriormente realizada por ANOVA. O uso do ligante alcalino resultou em uma rigidez muito superior do que quando utilizado um ligante convencional (CPIV), observado por maiores valores do escalar "A", evidenciando a possibilidade do emprego deste ligante alternativo na estabilização do RMO. Os ajustes das curvas foram realizados com coeficientes de $R^2$=0,72 e $R^2$=0,95 para o ligante alcalino para 7 e 63 dias de cura, respectivamente. Já para o cimento Portland, foram obtidos os coeficientes de $R^2$=0,78 e $R^2$=0,89 para 7 e 63 dias de cura, respectivamente. Estes coeficientes apontam para uma boa possibilidade de previsão da rigidez em relação a diferentes porosidades e teores de ligante.

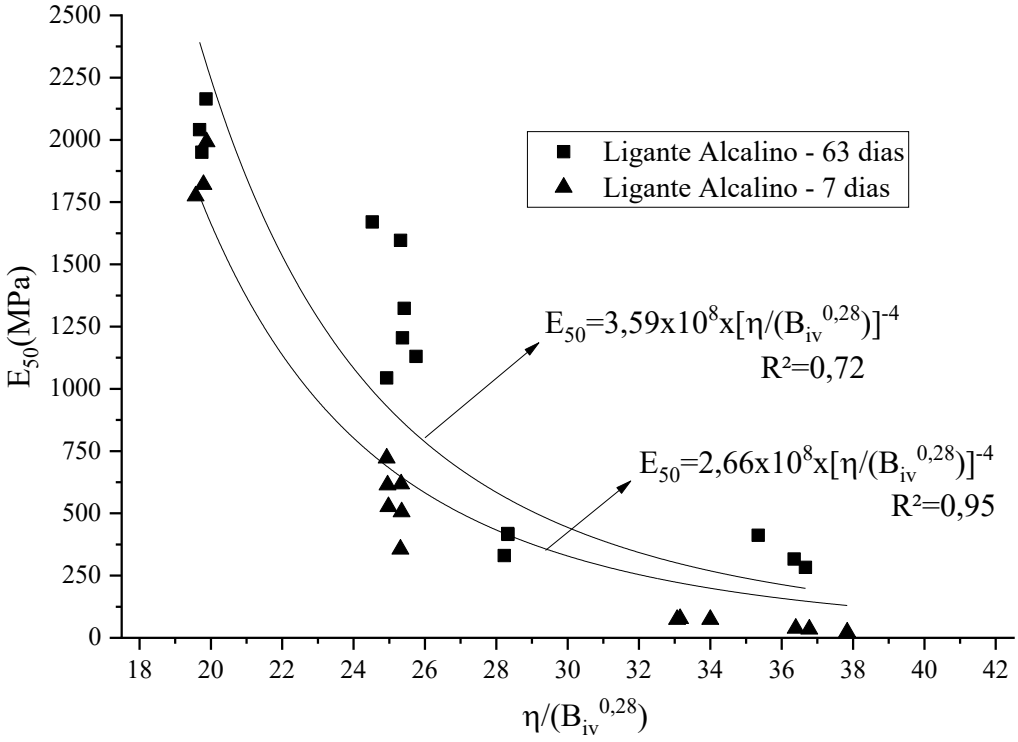



Figura 4.21 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $E_{50}$ para o ligante alcalino. Fonte: Autor

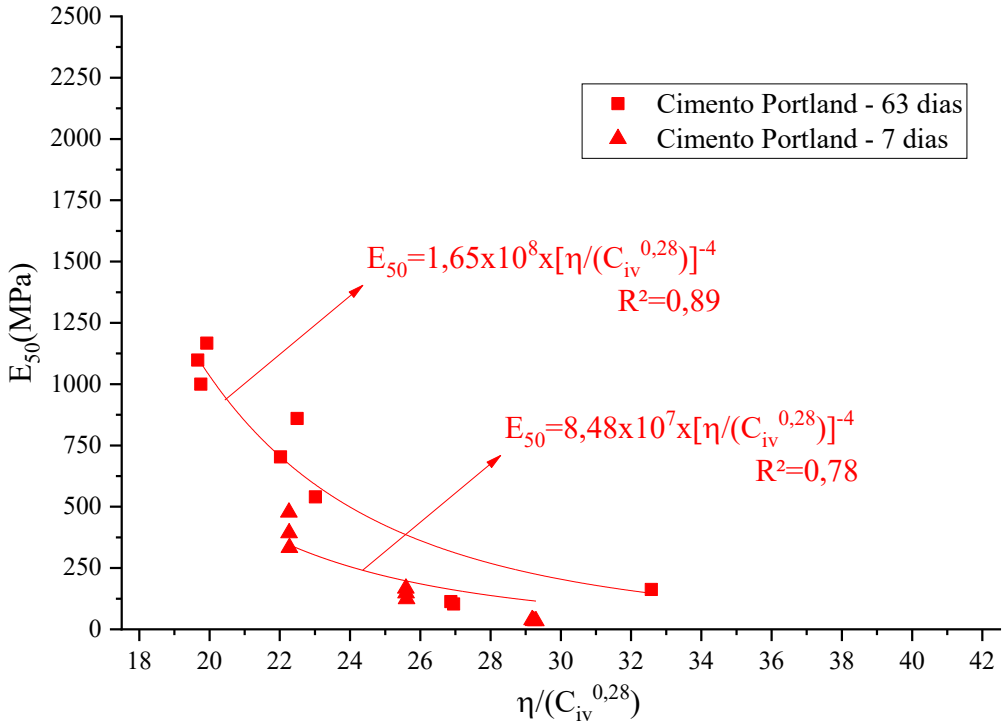



Figura 4.22 – Curvas porosidade por teor volumétrico de ligante para $E_{50}$ para o cimento Portland. Fonte: Autor

# 5 ESTUDO MINERALÓGICO E MICROESTRUTURAL

A partir dos resultados obtidos na análise mecânica (Capítulo 4) do presente documento, foram selecionados alguns tratamentos para realização dos estudos conduzidos no Capítulo 5. As amostras selecionadas para cada tipo de análise conduzida estão descritas no início de cada uma das respectivas seções a seguir.

## 5.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

Para os ensaios de DRX das amostras cimentadas, optou-se por avaliar a amostra que resultou em maior resistência ($q_u$) do RMO estabilizado com o LAA proposto, bem como da que resultou em maior $q_u$ para o CPIV. A Figura 5.1 apresenta, então, os difratogramas dos materiais iniciais utilizados e para as amostras de RMO estabilizadas com cimento Portland CPIV e LAA, P100-8(63) e A100-8(63), respectivamente.

Independentemente do tipo de ligante, os difratogramas das amostras estabilizadas apresentaram alterações em relação ao do RMO. Para a amostra A100-8(63), a estrutura amorfa da EGAF reagiu, formando novos produtos com propriedades cimentantes do tipo C-A-S-H. O aparecimento de novos picos de difração de baixa intensidade foi observado. Estes produtos correspondentes às novas observações foram caracterizados por uma estrutura semicristalina de gel cimentante e hidrotalcita, oriundos da ativação alcalina da EGAF. Os picos de baixa intensidade correspondem a um baixo grau de cristalinidade e ordem estrutural, que estão relacionados com as fases amorfas destes géis cimentantes precipitados (Lotero *et al.*, 2021; Masoumi *et al.*, 2020; Puertas *et al.*, 2011), conforme analisado também por MEV (item 5.4). No entanto, estudos recentes relataram que estes compostos de estrutura amorfa apresentaram alta performance pela formação de um gel de alta ordem estrutural, composto por cadeias lineares de aluminossilicatos mais longas e reticuladas (estrutura molecular bidimensional) em relação a modelos de cadeias lineares de géis formados na hidratação do cimento Portland (Dai *et al.*, 2024; Joseph *et al.*, 2024; Zhu; Richardson, 2023).

Os produtos de reação formados por polimerização por condensação do LAA apresentaram estrutura semicristalina, induzida pelos géis cimentantes. Os resultados de DRX sugerem a possibilidade de formação de um gel híbrido do tipo N-C-A-S-H, em que o sódio introduzido pelo ativador alcalino parcialmente substitui o cálcio na matriz do gel. Apesar disso, sua determinação apenas pela análise de DRX não é suficiente, sendo melhor discutido nas seções seguintes. O gel N-C-A-S-H foi previamente verificado em escórias álcali-ativadas (Ismail *et al.*, 2014; Luo *et al.*, 2023; Mccaslin; White, 2021). No entanto, a composição química e nanoestrutura dos géis C-A-S-H e N-C-A-S-H são similares (Lothenbach *et al.*, 2011). Minerais aluminossilicatos baseados em cálcio e sódio foram previamente identificados em RMO estabilizados por cimentos de belita e sulfoaluminatos (Kiventerä *et al.*, 2019). O DRX sugeriu uma existência de diferentes produtos de reação, como os géis C-A-S-H, N-A-S-H, e o híbrido N-C-A-S-H, conforme observado por Fang; Zhang (2020). A formação de diferentes produtos de reação, como a coexistência de géis C-A-S-H e hidrotalcita, foi anteriormente verificada por Seo *et al.* (2019). Por outro lado, a hidratação do CPIV resultou em géis C-(A)-S-H e etringita, assim como previamente verificado por Jennings (2000) e Taylor (1993). A presença de quartzo e etringita foram também observadas em RMO estabilizados usando hidróxido de cálcio (Kiventerä *et al.*, 2018b). Em concretos compostos por RMO, cimento Portland e EGAF, géis C-(A)-S-H e etringita foram identificados (Wang *et al.*, 2025), assim como observado na Figura 5.1.

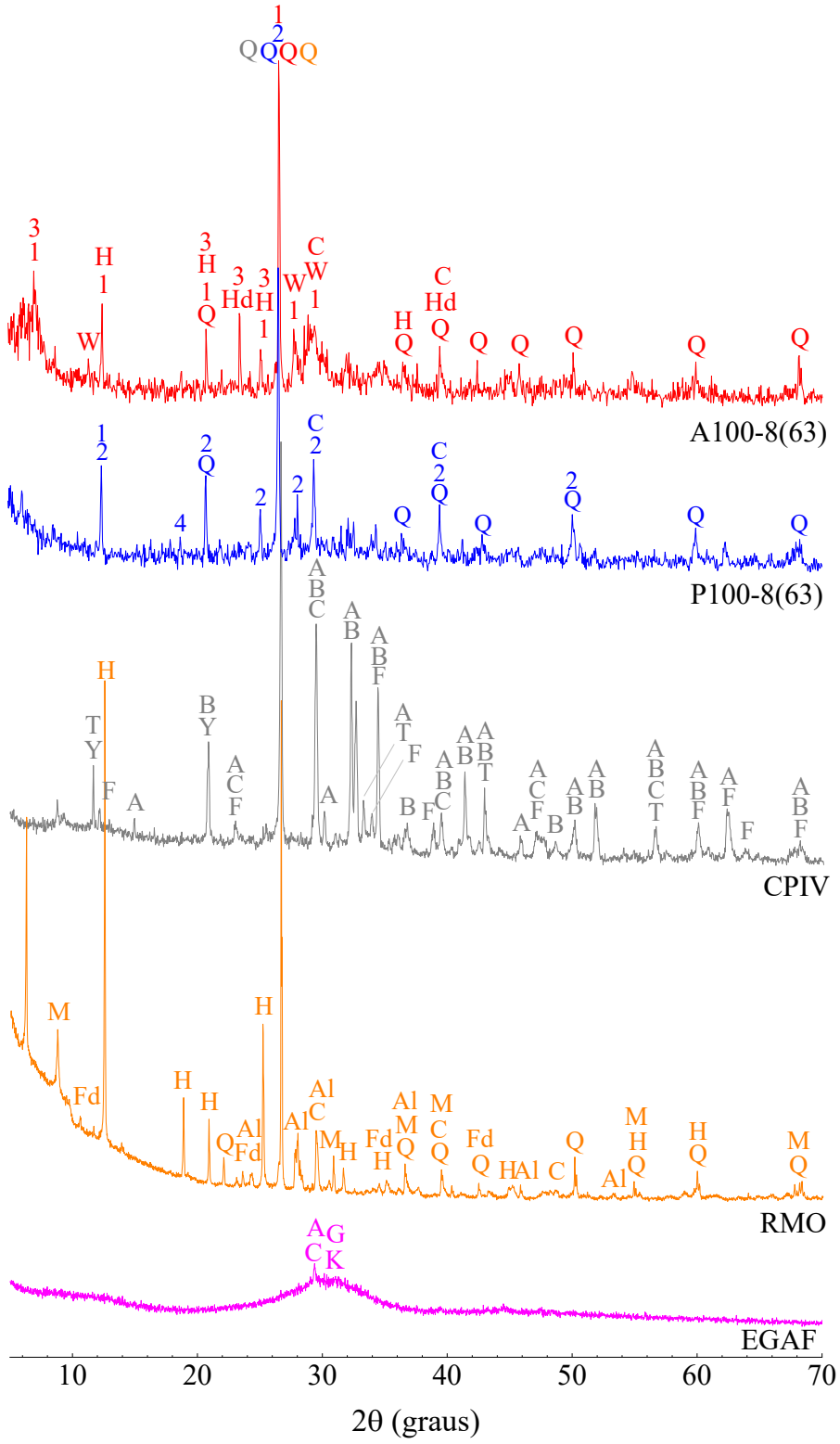



Figura 5.1 – Difratogramas para os materiais iniciais e para o RMO estabilizado. A: Alita; Al: Albita; B: Belita; C: Calcita; F: Ferrita; Fd: Feldspatos; G: Gehlenita; H: Chamosita; Hd: Hidrotalcita; K: Akermanita; M: Mica; Q: Quartzo; T: Aluminato; W: Wollastonita; Y: Gesso; 1: C-A-S-H; 2: C-S-H; 3: C-N-A-S-H; 4: Etringita. Fonte: Autor

Além disso, fases carbonatadas foram observadas em ambas amostras cimentadas (usando LAA e CPIV), o que corrobora com as análises de FTIR e TGA apresentadas a seguir. Apesar disso, na amostra de RMO estabilizada com LAA, foram observados picos mais intensos e a formação de novos compostos, indicando uma maior quantidade de géis cimentantes relacionados ao alto nível de polimerização (Núñez *et al.*, 2024b). Este é um importante fator que explica o melhor desempenho mecânico observado para amostra estabilizada com LAA em relação ao obtido utilizando CPIV.

## 5.2 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Assim como para o DRX, para os ensaios de FTIR optou-se por avaliar a amostra que resultou em maior resistência ($q_u$) do RMO estabilizado com o LAA proposto e para o CPIV. As Figuras 5.2 e 5.3 apresentam os espectros de FTIR do RMO estabilizado pelo LAA e CPIV, A100-8(63) e P100-8(63), respectivamente. Além disso, foi realizada a análise de FTIR nos materiais iniciais (Figura 5.2 e 5.3) para que fossem analisadas as mudanças induzidas pelo processo de ativação. Em ambas amostras cimentadas, assim como nos materiais iniciais, foram identificados sinais em números de onda de 1639 e 3424-3436 $cm^{-1}$, que corresponde a moléculas de água devido a vibrações de dobramento e estiramento, respectivamente, de grupos de hidroxila (O-H) (Cizer *et al.*, 2012; García Lodeiro *et al.*, 2009; Lotero *et al.*, 2023; Puertas *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2024). Além disso, um pico foi identificado em um baixo número de onda (460 $cm^{-1}$), correspondente principalmente a vibrações de deformação de Si-O-Si, que é consistente com a presença de quartzo do RMO (Puertas *et al.*, 2011; Robayo *et al.*, 2016; Zawrah *et al.*, 2016) e CPIV (GARG *et al.*, 2013).

A visualização de uma banda no gel álcali-ativado em 960 $cm^{-1}$ é típico de vibrações de alongamento assimétrico de Si-O de unidade $Q^2$, comumente observado em géis C-S-H (García Lodeiro *et al.*, 2009; Puertas *et al.*, 2011; Yu *et al.*, 1999), gel C-(A)-S-H formado por unidades $Q^2$ (García Lodeiro *et al.*, 2009; Reig *et al.*, 2016), ou até mesmo gel alcalino híbrido (N,C)-A-S-H (García-Lodeiro *et al.*, 2012; Lotero *et al.*, 2023; Reig *et al.*, 2016). A presença de Ca, Na, Si e Al (também verificada nas análises de MEV/EDS, apresentadas a seguir) na matriz de LAA indica que os géis C-(A)-S-H e N-A-S-H não precipitaram de forma pura. A existência de espécies dissolvidas sugerem que um gel híbrido (N,C)-A-S-H pode ser produzido por uma substituição parcial de íons $Na^+$ por $Ca^{2+}$ (Garcia-Lodeiro *et al.*, 2016;

Khater, 2012). A banda de alongamento da EGAF em 974 $cm^{-1}$ deslocou-se para números de onda mais baixos (960 $cm^{-1}$) quando ocorreu a ativação alcalina. Este processo ocorre devido a formação de novas ligações de aluminossilicatos, que reduzem a energia vibracional das ligações (Davidovits, 1991; Fernández-Jiménez; Palomo, 2003).

Apesar de alguns autores sugerirem que unidades $Q^3$ e $Q^4$ podem existir em géis C-S-H com baixa relação Ca/Si (Kirkpatrick *et al.*, 1997; Yu *et al.*, 1999), ou em amostras maduras parcialmente carbonatadas (Thomas *et al.*, 1993), nenhuma unidade $Q^3$ (em 1200 $cm^{-1}$) foi identificada usando FTIR, conforme verificado também por (García Lodeiro *et al.*, 2009). Além disso, bandas menores foram observadas em 900, 657 e 605 $cm^{-1}$, que correspondem tipicamente a estruturas de gel C-A-S-H. A banda identificada em 900 $cm^{-1}$ indica alongamento de Si-O-Al, que reflete na substituição de Al nos tetraedros de silicato na rede do gel (Bernal *et al.*, 2011, 2012; Ke *et al.*, 2018). A banda observada em 657 $cm^{-1}$ é associada com vibração de deformação de Si-O-Si e em 605 $cm^{-1}$ de Si-O-Al (Garcia-Lodeiro *et al.*, 2011; García-Lodeiro *et al.*, 2008; Yu *et al.*, 1999).

As bandas em 991 e 876-650 $cm^{-1}$ no espectro do RMO diminuíram ou se fundiram ao fundo amorfo observado na A100-8(63), possivelmente devido à formação de novas fases amorfas, que mascaram as características cristalinas remanescentes. Isto é um indicativo de que a estrutura do RMO é parcialmente fisicamente incorporada pelo gel do LAA. Bandas em números de onda de 1411-1429 $cm^{-1}$, correspondentes a vibrações de alongamento de C-O (Fernández-Jiménez; Puertas, 2001; García Lodeiro *et al.*, 2009), indicaram a presença de carbonato de cálcio nas amostras, assim como outras fases carbonatadas em 719 $cm^{-1}$ (Fernández-Jiménez; Puertas, 2001; García Lodeiro *et al.*, 2009; García-Lodeiro *et al.*, 2010; Puertas *et al.*, 2011; Vicent *et al.*, 2019), que servem como indicativos de carbonatação. Na amostra estabilizada com CPIV, a carbonatação do material também foi observada, evidenciada por um pico de número de onda de 875 $cm^{-1}$, que correspondem a vibrações de dobramento de C-O (Fernández-Jiménez; Puertas, 2001; Puertas *et al.*, 2011; Reig *et al.*, 2016). Na amostra estabilizada com cimento Portland, foi verificado também bandas em 796-781 $cm^{-1}$, que correspondem a vibrações de alongamento simétrico (Si-O-Si) (Horgnies *et al.*, 2013; Panias *et al.*, 2007; Rada *et al.*, 2024; Vempati *et al.*, 2006). As Tabelas 5.1 e 5.2 resumem as análises de FTIR para os materiais iniciais e para as amostras cimentadas, respectivamente, com principais bandas, atribuições, interpretações e referências. Além disso, a Tabela 5.1, relaciona a interpretação de FTIR com a análise DRX.

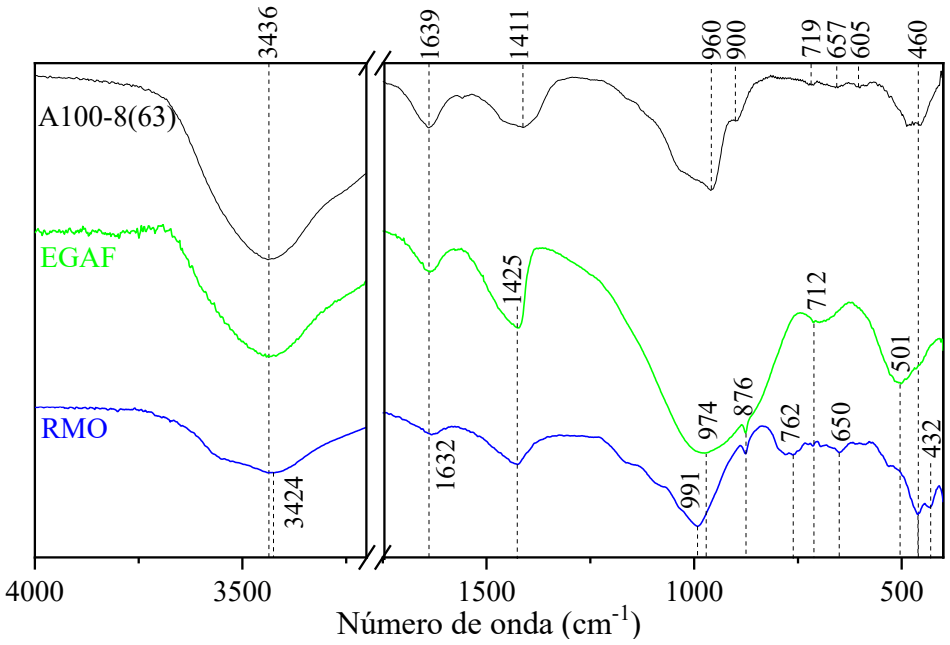



Figura 5.2 – Espectros de FTIR para RMO, EGAF e RMO estabilizada pelo LAA no intervalo de 4000-400cm$^{-1}$. Fonte: Autor

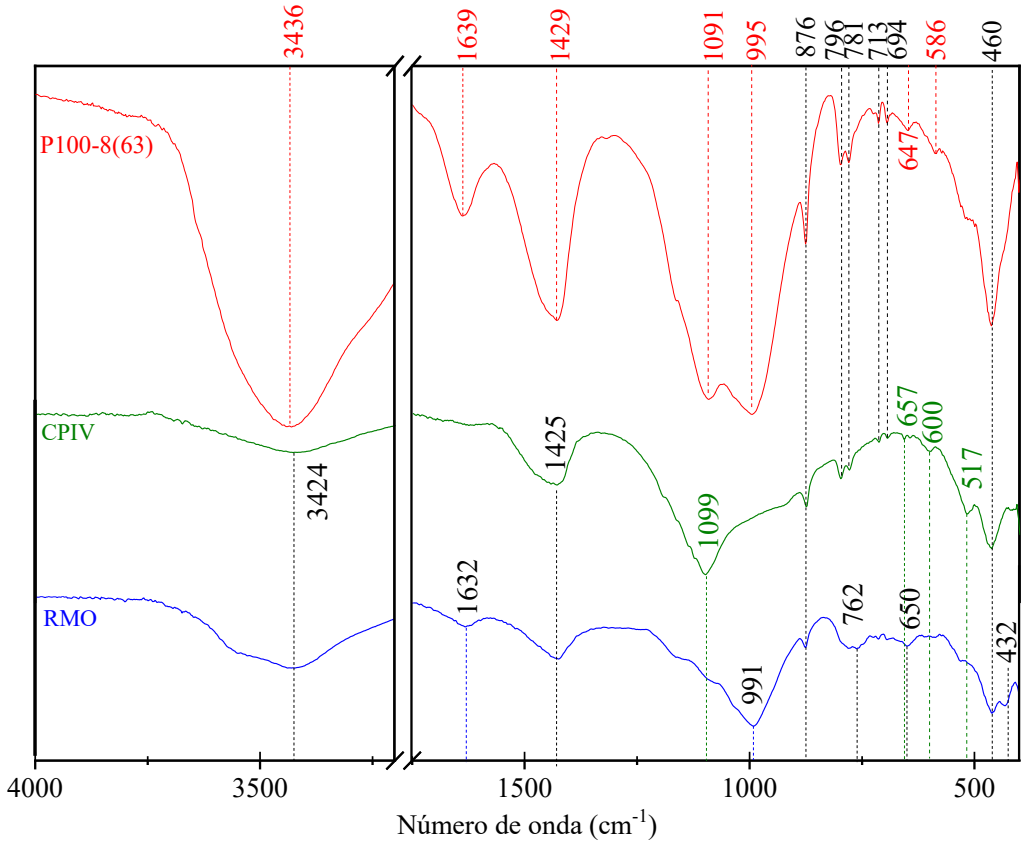



Figura 5.3 – Espectros de FTIR para RMO, CPIV e RMO estabilizada por CPIV no intervalo de 4000-400cm$^{-1}$. Fonte: Autor

Tabela 5.1 – Resumo da análise de FTIR, com atribuições principais e interpretações relacionados com o DRX, para o RMO, EGAF e CPIV.

| Banda ($cm^{-1}$) | Material | Atribuição principal | Interpretação | Mineral (DRX) | Referência |
|---|---|---|---|---|---|
| 3441 | EGAF | Alongamento O-H de água/grupos hidroxila | Água estrutural ou adsorvida | - | (Bláhová *et al.*, 2015; Sakulich *et al.*, 2010) |
| 3424 | RMO/CPIV | Alongamento O-H de água/grupos hidroxila | Água estrutural ou adsorvida. Água em argilominerais ou hidróxido de ferro | Mica, clinocloro (RMO) | (Prasad *et al.*, 2006; Santos *et al.*, 2021; Singh Kashyap *et al.*, 2021) |
| 1635-1632 | EGAF/RMO | Dobramento H-O-H (água) | Água fisicamente ou estruturalmente ligada | Mica, clinocloro | (Wang *et al.*, 2025) |
| 1425 | EGAF/RMO /CPIV | Alongamento assimétrico do carbonato | Presença de carbonato de cálcio ($CaCO_3$) | Calcita | (Al-Amin *et al.*, 2025; Ismail *et al.*, 2014; Sakulich *et al*., 2010; Stumpe *et al.*, 2012) |
| 1099 | CPIV | Alongamento Si–O–Si/Si–O–Al | Sílico aluminatos ou silicatos do clínquer (C3S/C2S) | Alita, Belita | (Santos *et al.*, 2021) |
| 991 | RMO | Alongamento Si–O | Presença de quartzo e sulfatos | Quartzo, feldspatos | (Chen *et al.*, 2022) |
| 974 | EGAF | Alongamento assimétrico Si–O–T (T = Si ou Al) em tetraedros | Indica estrutura vítrea da EGAF, banda típica de silicatos amorfos | Fases amorfas | (Rovnaník *et al.*, 2013) |
| 876 | EGAF/RMO /CPIV | Vibração de dobramento C–O | Banda de referência para calcita | Calcita | (Al-Amin *et al.*, 2025; Stumpe *et al.*, 2012; Ylmén *et al.*, 2009) |
| 796-781 | OPC | Dobramento Si–O–Si | Aluminossilicatos ou silicatos do clínquer (C3S/C2S/C3A) | Alita, Belita, Aluminato | (Fernández-Carrasco *et al.*, 2012) |
| 762 | GT | Dobramento Si–O–Si | Associado à presença de quartzo | Quartzo | (Al-Amin *et al.*, 2025; Chen *et al.*, 2022) |
| 712-694 | EGAF/CPIV | Vibração no plano de $CO_3^{2-}$ ou Si–O–Si | Carbonatos cristalinos (Calcita) | Calcita, ou gehlenite/akermanita com contribuição de calcita | (Edwards *et al.*, 2005; Gabrielli *et al.*, 2000; Rovnaník *et al.*, 2013; Sakulich; Miller; Barsoum, 2010) |
| 657-650 | RMO/CPIV | Vibração Si–O, Al–O ou Fe–O | Indica presença de argilominerais (RMO), C3A, C4AF (OPC) | Mica, clinocloro; Ferrita, Aluminato | (Fernández-Carrasco *et al.*, 2012; Yusuf, 2023) |
| 600 | CPIV | Dobramento $SO_4^{2-}$ | Gesso adicionado ao cimento | Gesso | (Ennaciri *et al.*, 2016) |
| 501-517 | EGAF/CPIV | Dobramento O–Si–O/O–Al–O | Tetraedros aluminossilicatos típicos vítreos (EGAF) e C3S e C2S (CPIV) | Akermanita e Gehlenita (EGAF); Alita e Belita (CPIV) | (Deng *et al.*, 2002; Djomgoue et al., 2013; Fernández-Carrasco *et al.*, 2012; Sakulich; Miller; Barsoum, 2010; Tantawy, 2017) |
| 460 | RMO/CPIV | Dobramento Si–O | Associado à presença de quartzo | Quartzo | (Chen *et al.*, 2022; Garg *et al.*, 2013) |
| 432 | RMO | Vibração de dobramento Si–O–Al ou Si–O–Si | Presença de quartzo e argilominerais | Mica, clinocloro, feldspatos | (Al-Amin *et al.*, 2025; Chen *et al.*, 2022) |

Fonte: Autor

Tabela 5.2 – Resumo da análise de FTIR, com atribuições principais e interpretações, para o RMO estabilizado por LAA e CPIV.

| Banda ($cm^{-1}$) | Ligante | Atribuição principal | Interpretação | Referência |
|---|---|---|---|---|
| 3436 | LAA/ CPIV | Alongamento O-H de água/grupos hidroxila | Água estrutural ou adsorvida (gel C–(N)–A–S–H) | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2009); Puertas et al. (2011); Vicent et al. (2019); Wang et al. (2024) |
| 1639 | LAA/ CPIV | Dobramento H-O-H (água) | Água fisicamente adsorvida ou água interlamelar em géis. | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2009); Puertas et al. (2011); Vicent et al. (2019) |
| 1411-1429 | LAA/ CPIV | Alongamento assimétrico do carbonato | Presença de carbonato de cálcio ($CaCO_3$), tipicamente como calcita ou vaterita. Um marcador de carbonatação. | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2009); Puertas et al. (2011); Fernández-Jiménez and Puertas (2001) |
| 1091-995 | CPIV | Alongamento assimétrico de Si-O-(Al) | Indica silicato de cálcio hidratado (C-S-H). | Panias et al. (2007); Rada et al. (2024), Garcia Lodeiro et al. (2009) |
| 960 | LAA | Alongamento assimétrico de Si-O-(Al) | Típico de unidades silicato $Q^2$ (cadeias de $SiO_4$). Indicativo da formação de géis C–(N)–A–S–H. | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2009); Puertas et al. (2011) |
| 900 | LAA | Alongamento Si–O–Al | Indica a presença de alumínio nos tetraedros de silicato da rede do gel. | Bernal et al. (2012, 2011); Ke et al. (2019) |
| 875 | CPIV | Vibração de dobramento de C-O | Banda de referência da calcita. | Fernández-Jiménez and Puertas (2001); Puertas et al. (2011); Reig et al. (2016) |
| 796-781 | CPIV | Vibração de alongamento simétrico (Si-O-Si) | Relacionado a fases aluminosilicáticas ou estruturas de silicato (C-S-H). | Panias et al. (2007); Horgnies et al. (2013); Rada et al. (2024); Vempati et al. (2006) |
| 719-713 | LAA/ CPIV | C–O (carbonato) | Presença de fases carbonatadas como calcita ou hidrotalcita. | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2009); Puertas et al. (2011); Fernández-Jiménez and Puertas (2001); Vicent et al. (2019) |
| 694-586 | LAA/ CPIV | (Si–O–Si) ou Al–O–Si | Vibrações de dobramento de estruturas de gel C(N)–A–S–H ou C–S–H. | Garcia Lodeiro et al. (2010, 2008, 2009); Puertas et al. (2011); Vicent et al. (2019) |
| 460 | LAA/ CPIV | O–Si–O | Vibrações de dobramento de tetraedros de sílica. Correspondente ao quartzo. | Garcia Lodeiro et al. (2010); Puertas et al. (2011); Vicent et al. (2019) |

Fonte: Autor

## 5.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E DERIVADA TERMOGRAVIMÉTRICA (DTG)

Assim como para os ensaios de DRX e FTIR, para os ensaios de TGA, optou-se por avaliar a amostra que resultou em maior resistência ($q_u$) do RMO estabilizado com o LAA proposto, bem como da que resultou em maior $q_u$ para o CPIV, A100-8(63) e P100-8(63), respectivamente. Os materiais iniciais também foram analisados e os resultados estão apresentados na Figura 5.4. A comparação da análise TGA e DTG entre as amostras de RMO estabilizadas com LAA e CPIV estão apresentadas na Figura 5.5. Um pico de perda de massa foi observado em 185 °C na EGAF (Figura 5.4a), que está relacionado com a perda de água que compõe a superfície de hidroxilas associadas a rede amorfa Ca-Si-Al. No entanto, para a amostra estabilizada com LAA (A100-8(63), Figura 5.5a), foi observada uma perda de massa principal devido ao aquecimento até 150 °C. Este fato está relacionado a perda de água ($H_2O$) estrutural e livre do gel cimentante C-(A)-S-H (Ben Haha *et al.*, 2011; Bílek *et al.*, 2025; Caron *et al.*, 2023), o qual pode também incluir a perda de água de géis alcalinos híbridos do tipo C(N)-A-S-H (Bernal, 2016; Bernal *et al.*, 2011; Park *et al.*, 2020; Zuo *et al.*, 2018). A presença deste produto de reação está de acordo com as análises de FTIR, MEV e DRX, realizadas neste estudo.

Vários autores relataram que a perda de massa entre 200-400 °C está associada com a decomposição da hidrotalcita em escórias ativadas com hidróxido de sódio (Ben Haha *et al.*, 2011; Bílek *et al.*, 2025; Caron *et al.*, 2023; Zuo *et al.*, 2018). Apesar de que para este ativador picos na curva de DTG determinam a decomposição em duas etapas de temperatura de aproximadamente 200 e 400 °C, para outros ativadores o processo ocorre um pouco diferente. Assim como observado no presente trabalho, com picos de perda de massa em aproximadamente 358-380 °C, diversos autores verificaram que a perda de massa da decomposição da hidrotalcita acontece em temperaturas menores, com uma segunda etapa definida em aproximadamente 350 °C (Akturk *et al.*, 2022; Bílek *et al.*, 2025; Melo Neto *et al.*, 2008; Park *et al.*, 2020). Este comportamento é atribuído à adição de silicato de sódio como ativador em conjunto com o hidróxido de sódio.

Outros picos de perda de massa marcados entre 600-700°C foram observados, o qual estão de acordo com a descarbonização da calcita ($CaCO_3$) e outros carbonatos de cálcio de cristalinidade variável (Bernal *et al.*, 2011; Bílek *et al.*, 2025; Garcia-Lodeiro *et al.*, 2011). A Figura 5.4 mostra a carbonatação dos íons $Ca^{2+}$ (intemperização da EGAF e CPIV antes da

amostragem (Bernal, 2016; Bernal *et al.*, 2010, 2011)), indicando que a carbonatação observada nas amostras estabilizadas são originárias dos materiais iniciais, mais do que um possível produto de reação secundário.

Na amostra estabilizada por LAA, foi observada uma perda de massa aproximadamente em 800 °C, que pode ser atribuído a transição de fase da wollastonita (Myers *et al.*, 2015), que é um produto típico da cristalização do gel C-S-H (Tajuelo Rodriguez *et al.*, 2017). Esta observação está associada com a adição adicional de silicatos impostos pela adição do silicato de sódio como ativador (Bílek *et al.*, 2025). A presença de wollastonita na amostra de LAA-RMO já havia sido observada na análise de DRX.

O pico de perda de massa em 112 °C observado no CPIV (Figura 5.4b) é relacionado a desidratação do gesso (Gabrovšek *et al.*, 2006), indicando a adição de gesso para controlar a taxa de hidratação do CPIV, conforme verificado no DRX.

Na amostra estabilizada por CPIV (Figura 5.5b) foram observadas três principais fases, que correspondem a desidratação (até 400 °C), desidroxilação (400-600 °C) e descarbonização (600-800 °C), conforme proposto previamente por outros estudos (Deboucha *et al.*, 2017; Santos *et al.*, 2020). Na primeira etapa, uma perda de massa mais importante até 200 °C foi observada, que inclui perda de água livre, adsorvida e fracamente ligadas entre camadas de gel C-S-H (Bílek *et al.*, 2025; Kunther *et al.*, 2015; L'hôpital *et al.*, 2016; Liu *et al.*, 2024; Sabeur *et al.*, 2019). Além disso, um pico na curva de DTG foi observado em 81 °C, que corresponde a perda de água da etringita (Bílek *et al.*, 2025; Zhang *et al.*, 2021), e em 150 °C, que está associado com a desidratação de monocarbonatos (Alarcon-Ruiz *et al.*, 2005; Bílek *et al.*, 2025; De Weerdt *et al.*, 2011). Na segunda etapa, foi observada uma intensa perda de massa, que corresponde a desidroxilação da Portlandita ($Ca(OH)_2$), com um pico marcado na curva de DTG em 435 °C (Bílek *et al.*, 2025; Deboucha *et al.*, 2017; Liu *et al.*, 2024; Sabeur *et al.*, 2019; Santos *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2021).

A seguir, uma descarbonização de calcita ($CaCO_3$) e outros carbonatos foi observada em aproximadamente 670 °C (Bílek *et al.*, 2025; Deboucha *et al.*, 2017; Santos *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2021). Apesar de mais comumente observado em baixas temperaturas, o pico observado na curva de DTG em 920 °C pode estar também relacionado com a decomposição de carbonato de cálcio (Sabeur *et al.*, 2019).

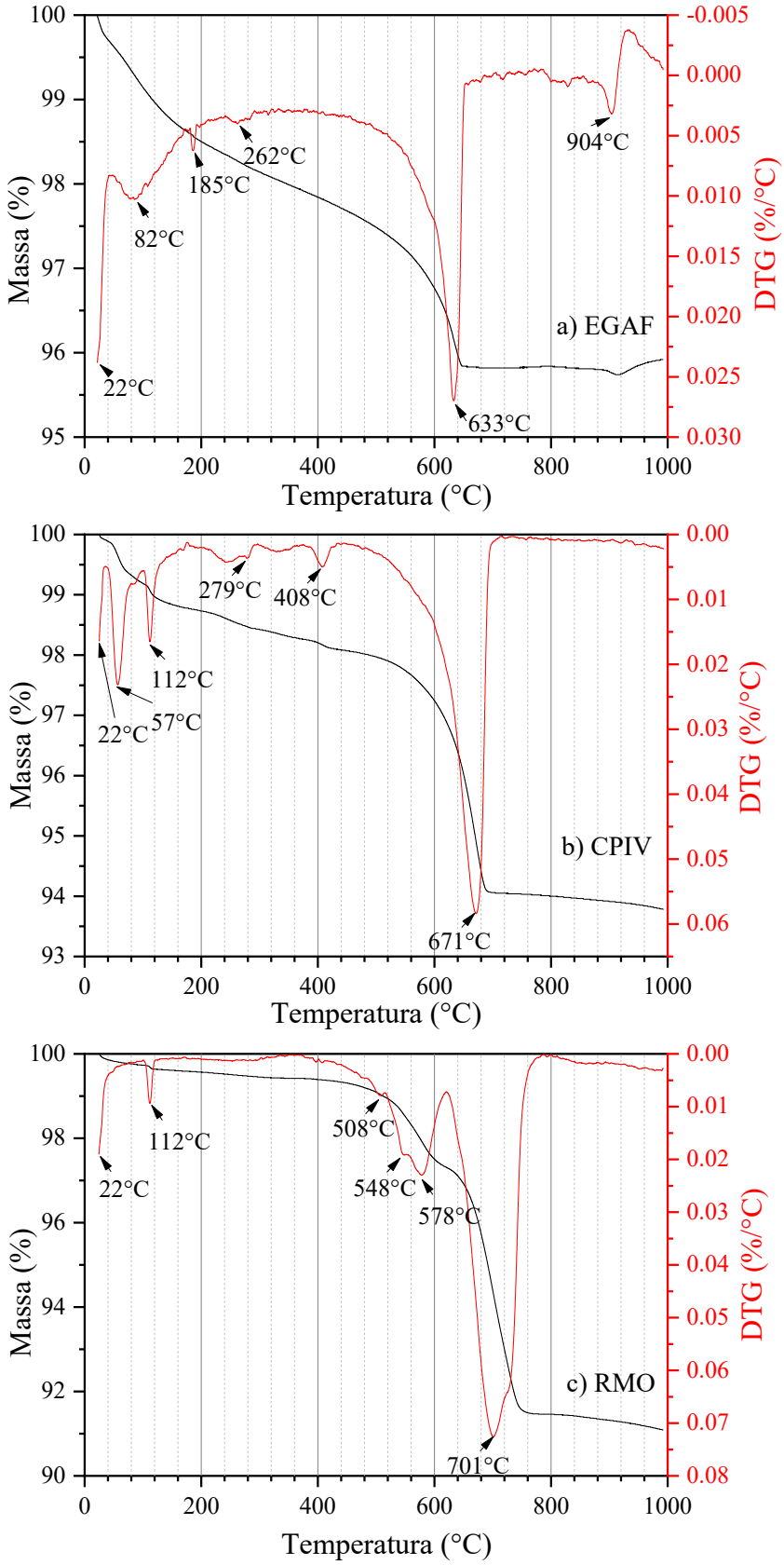



Figura 5.4 – Análise termogravimétrica (TGA) e derivada (DTG) da a) EGAF, b) CPIV, c) RMO. Fonte: Autor

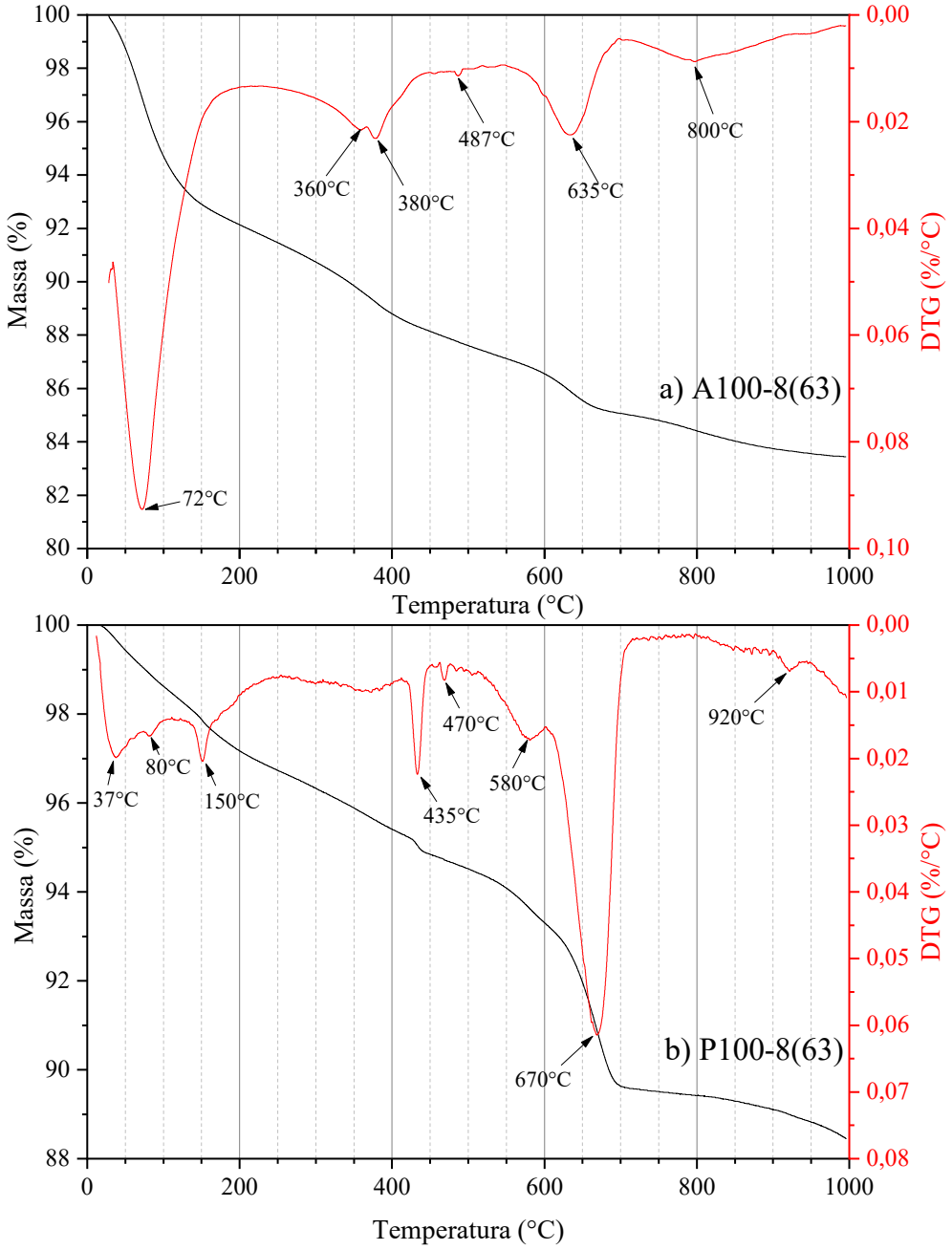



Figura 5.5 – Análise termogravimétrica (TGA) e derivada (DTG) de a) amostra RMO estabilizado com LAA (A100-8(63)) e b) amostra de RMO estabilizado com CPIV (P100-8(63)). Fonte: Autor

## 5.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ANÁLISE DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A partir dos ensaios de resistência à compressão não-confinada ($q_u$), adotou-se como amostra principal de análise para MEV/EDS, o tratamento de RMO estabilizado por LAA que

resultou em maior $q_u$, para que fosse avaliada a morfologia para diferentes teores de ligante e GC. Logo, o tratamento principal analisado foi o A100-8(63). A partir disso, adotaram-se mais dois tratamentos a fim de avaliar os efeitos do GC e do teor de ligante na morfologia. Para isso, adotaram-se amostras com os menores níveis de GC e teor de ligante, mantendo os demais iguais aos do tratamento principal, sendo definidos os tratamentos A90-8(63) e A100-2(63). Além disso, um quarto tratamento foi adotado, de composição igual ao do tratamento principal, porém com CPIV (P100-8(63)), como comparativo dos efeitos do tipo de ligante.

A Figura 5.6 apresenta as micrografias de três amostras de RMO estabilizados por LAA em ampliação de 500x. A Figura 5.6a apresenta a imagem de A100-8(63), Figura 5.6b para A90-8(63), e Figura 5.6c para A100-2(63). O GC influenciou a microestrutura do RMO estabilizado. Quanto maior o GC, uma estrutura mais densa foi observada (Figura 5.6a em comparativo com a Figura 5.6b). Esta análise está de acordo com o resultado esperado, contribuindo também para uma melhor resposta mecânica. Estruturas mais densas resultam um maior contato entre as partículas, induzindo a um maior atrito entre si, além de influenciar uma maior cimentação pelo maior contato entre partículas dos materiais do ligante. De forma similar, uma estrutura mais densa foi observada na amostra com maior teor de ligante (Figura 5.6a em comparativo com a Figura 5.6c). A formação de géis cimentantes preenchem os poros, resultando em estruturas mais densas e homogêneas. Consequentemente, uma maior resistência foi observada nesta amostra.

A Figura 5.7 apresenta as micrografias em ampliação de 500x, 1000x, 3000x, e 5000x para os dois tipos de ligante. Pode ser observado que o RMO estabilizado pelo LAA resultou em uma estrutura mais densa e homogênea, com um maior nível de cimentação observado após o tempo de cura. Além disso, as amostras estabilizadas pelo LAA resultaram em um menor número de macroporos e microporos, indicando sua morfologia mais densa. Estes resultados corroboram com a melhor resposta mecânica observada para o LAA em relação ao CPIV. Estudos anteriores também verificaram uma influência significativa da porosidade na resposta mecânica de solos artificialmente cimentados (Consoli *et al.*, 2007, 2022b, 2022a; Lotero *et al.*, 2021; Núñez *et al.*, 2024a). Estes resultados estão relacionados com o maior nível de organização do RMO estabilizado pelo LAA devido às reações de polimerização por condensação (Consoli *et al.*, 2022a; Provis, 2018; Torres-Carrasco; Puertas, 2017).

Na micrografia de MEV, apresentada na Figura 5.8 com ampliação de 5000x, foram identificadas diferentes estruturas de géis cimentantes no RMO estabilizado por LAA. Lâminas solidificadas (ponto A) e aglomerados amorfos (ponto B) evidenciaram uma

morfologia variada dos produtos de reação. A análise de EDS foi realizada em três pontos (E-1, E-2, e E-3), que indicaram a presença de compostos químicos que já foram anteriormente analisados por DRX, como Ca, Al, Si, Na, Mg e Fe. A presença do Na em diferentes pontos estudados indica a presença do gel N-C-A-S-H formado por uma parcial substituição de Ca oriunda da EGAF por Na nos géis C-A-S-H. Por outro lado, para o RMO estabilizado por CPIV (Figura 5.9), uma estrutura mais porosa foi observada, apesar da boa resposta mecânica obtida neste caso. Foram observados típicos géis C-(A)-S-H como produto de reação do cimento Portland. Estes géis foram identificados em diferentes formas estruturais, como "agulhas" de etringita (ponto A), aglomerados amorfos (ponto B), e lâminas interligadas em forma de "colmeia de abelhas" (ponto C) (Franus *et al.*, 2015; Scrivener *et al.*, 2016). A Figura 5.9 também apresenta a análise EDS em três pontos (E-1, E-2 e E-3), indicando o alto teor de cálcio a ausência de sódio, conforme esperado do processo de hidratação do CPIV (Scrivener *et al.*, 2016).

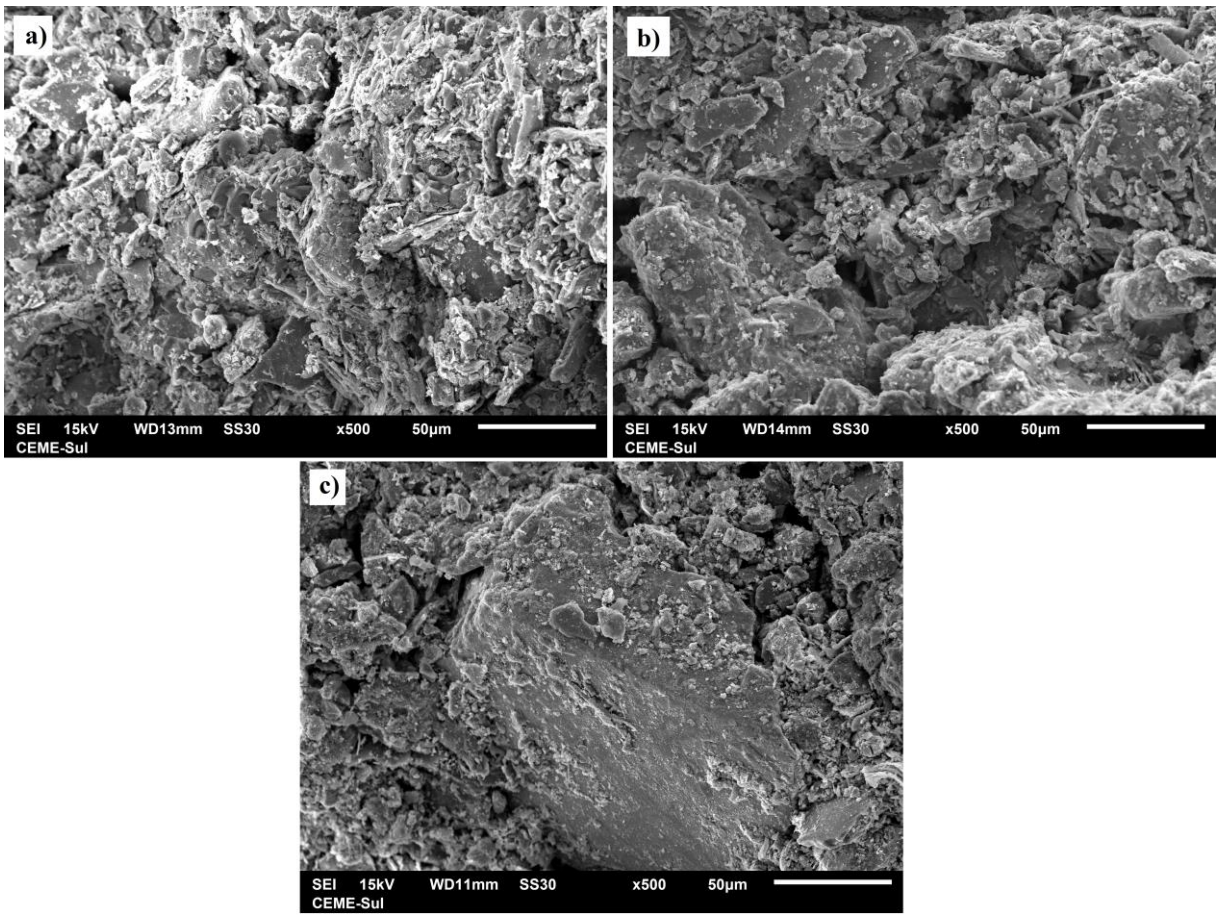



Figura 5.6 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por LAA em ampliação de 500x para a) A100-8(63), b) A90-8(63), e c) A100-2(63). Fonte: Autor

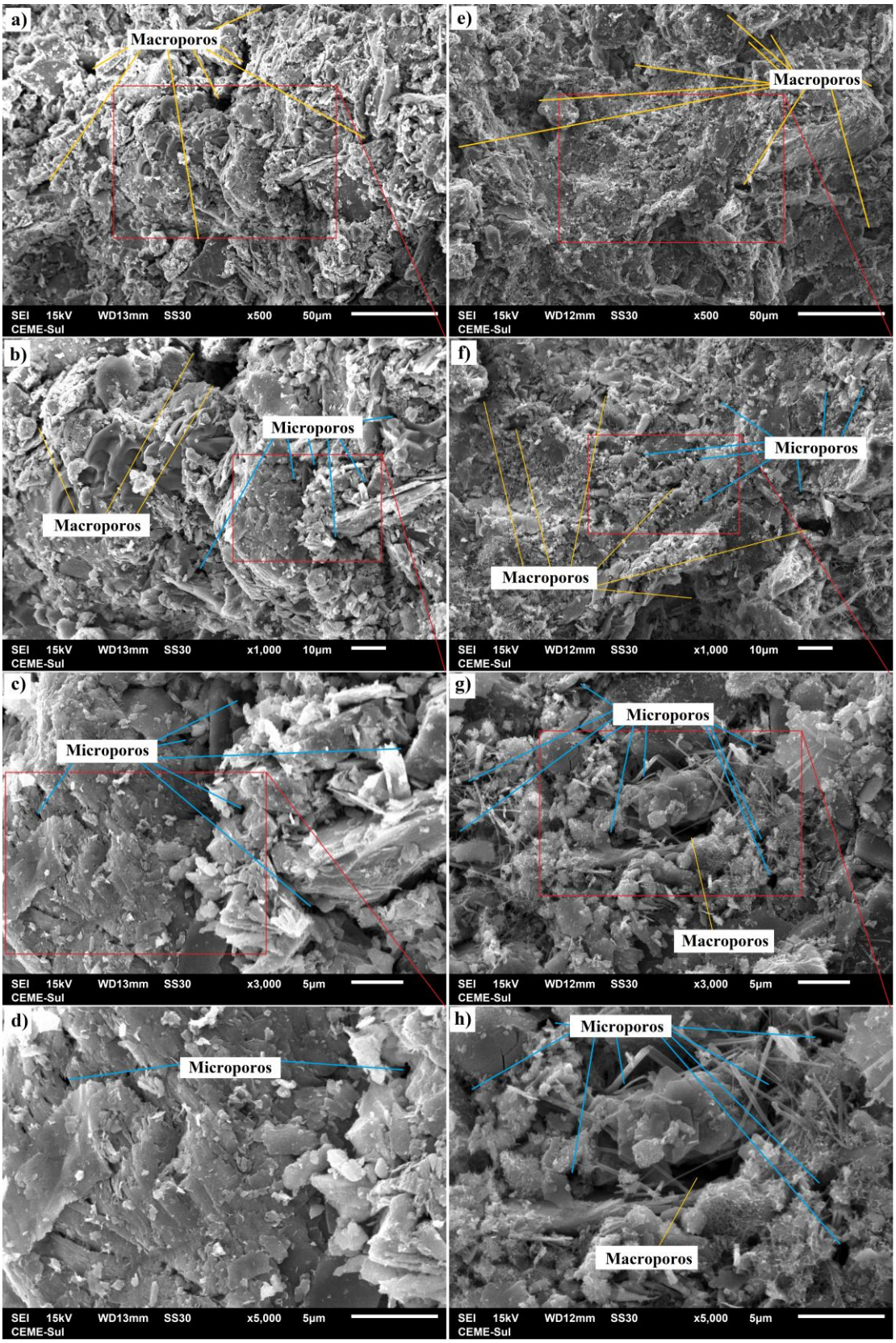



Figura 5.7 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado a) LAA-500x, b) LAA-1000x, c) LAA-3000x, d) LAA-5000x, e) CPIV-500x, f) CPIV-1000x, g) CPIV-3000x, h) CPIV-5000x. Fonte: Autor

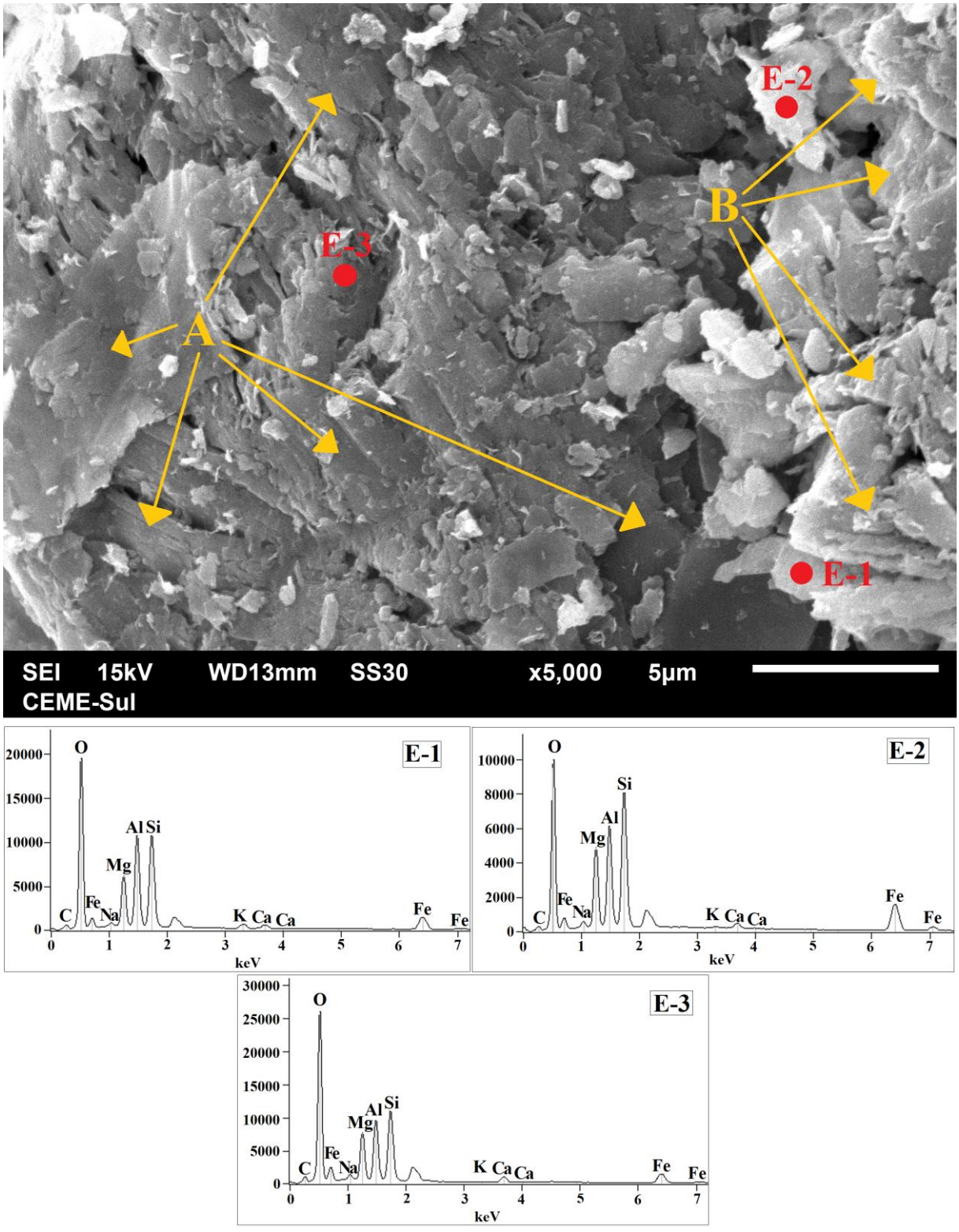



Figura 5.8 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por LAA com ampliação de 5000x e análise de EDS dos pontos E-1, E-2 e E-3. Fonte: Autor

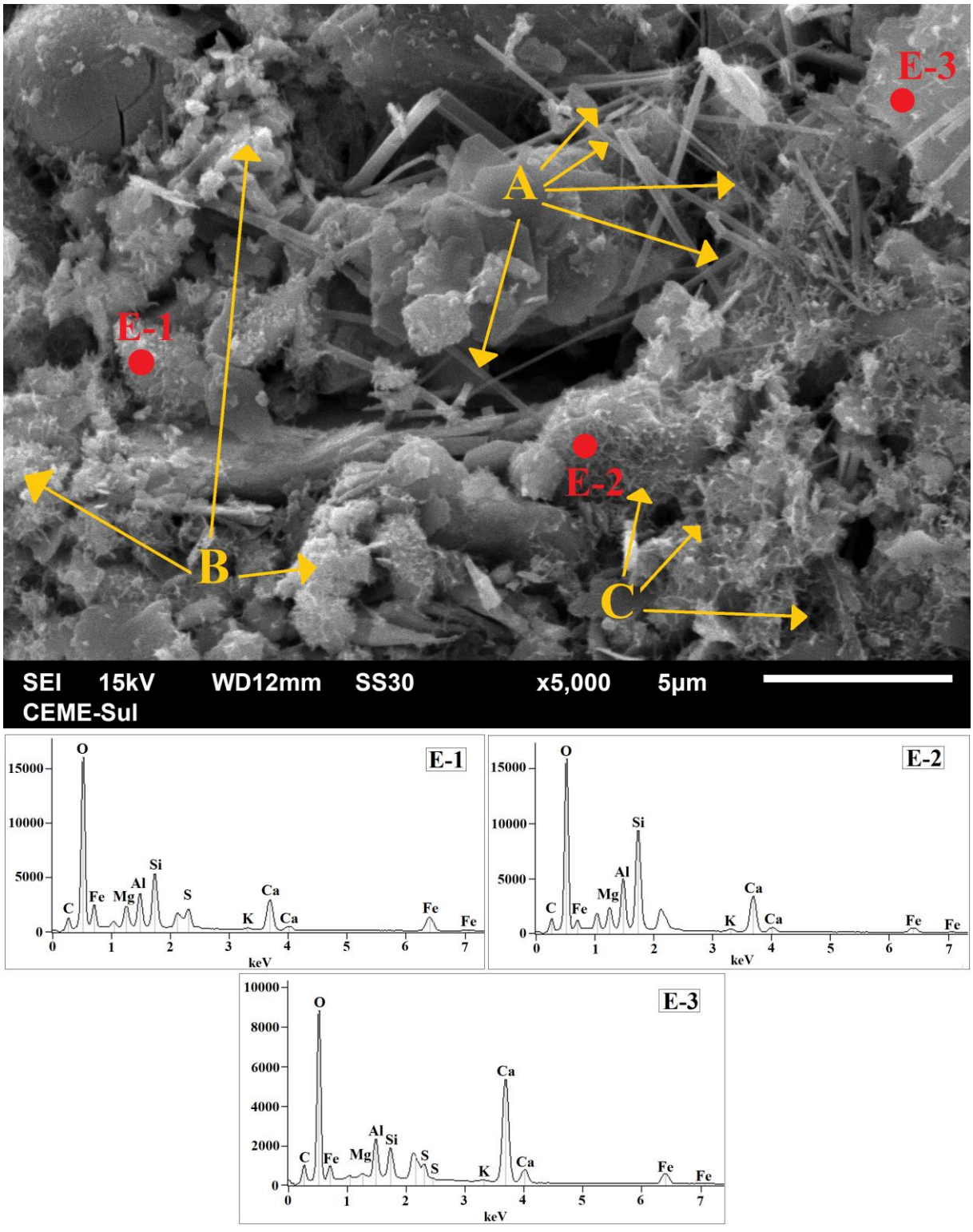



Figura 5.9 – Micrografias do MEV para o RMO estabilizado por CPIV com ampliação de 5000x e análise de EDS dos pontos E-1, E-2 e E-3. Fonte: Autor

Além disso, a partir da análise MEV realizada nas amostras de melhor desempenho mecânico para os dois tipos de ligantes (A100-8(63) e P100-8(63)), uma análise adicional de MEV foi realizada em pontos de maior concentração de géis cimentantes, a fim de estudar com maior detalhamento os compostos formados por análise de EDS/mapeamento.

A Figura 5.10 demonstra a micrografia do RMO estabilizado pelo LAA em uma ampliação de 500x. Nesta figura, os pontos utilizados para análise de EDS estão indicados. O espectro de EDS correspondente aos pontos estudados (E1-E5) estão apresentados na Figura 5.11. Foram observadas partículas agregadas de diferentes tamanhos, marcadas como "Q" na Figura 5.10. Estes pontos estão relacionados com a presença de partículas cristalinas de quartzo ($SiO_2$) que compõem o RMO, conforme verificado nas análises de DRX, FRX e FTIR. O mapeamento elementar por EDS (Figura 5.12) confirmou a alta concentração de Si nas partículas marcadas como "Q", indicando seu caráter silicoso. Além disso, o espectro de EDS do ponto E1 (Figura 5.11) indicou a predominância de Si em uma destas partículas (Tabela 5.3), confirmando a presença de quartzo.

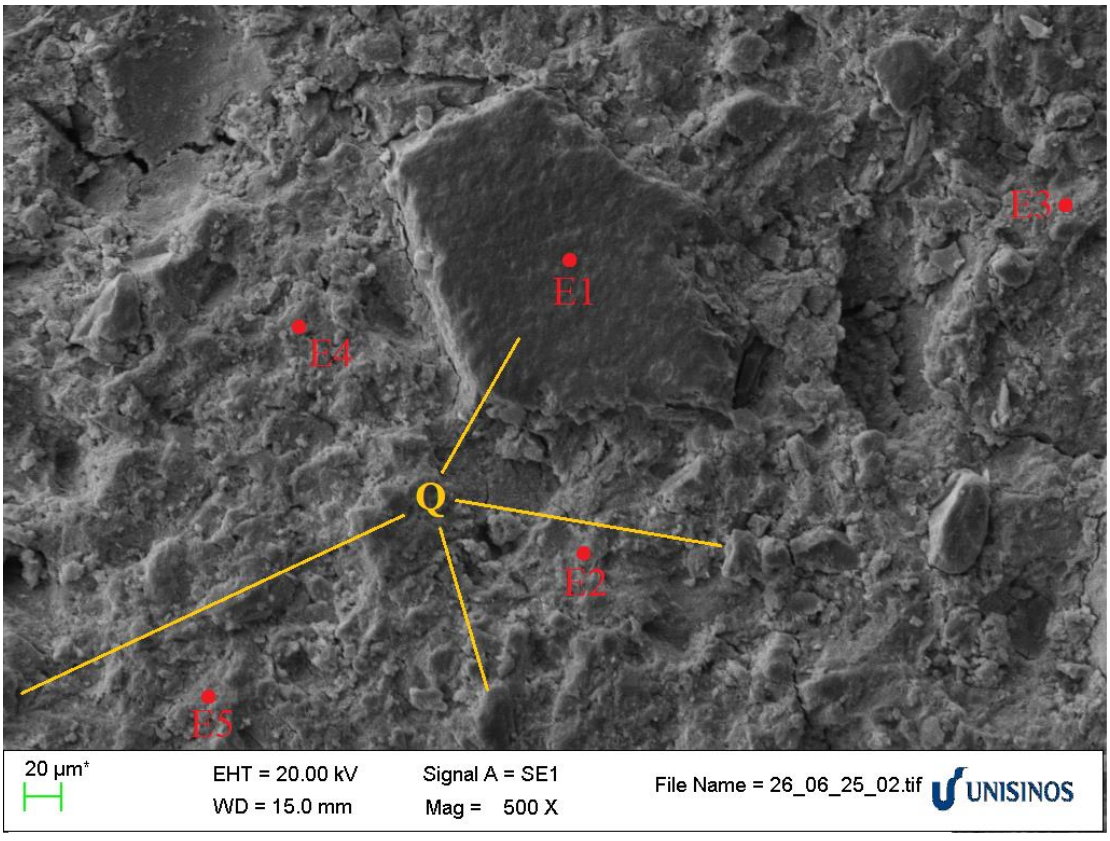



Figura 5.10 – Micrografia em 500x com pontos de análise de EDS para o RMO estabilizado por LAA. Fonte: Autor

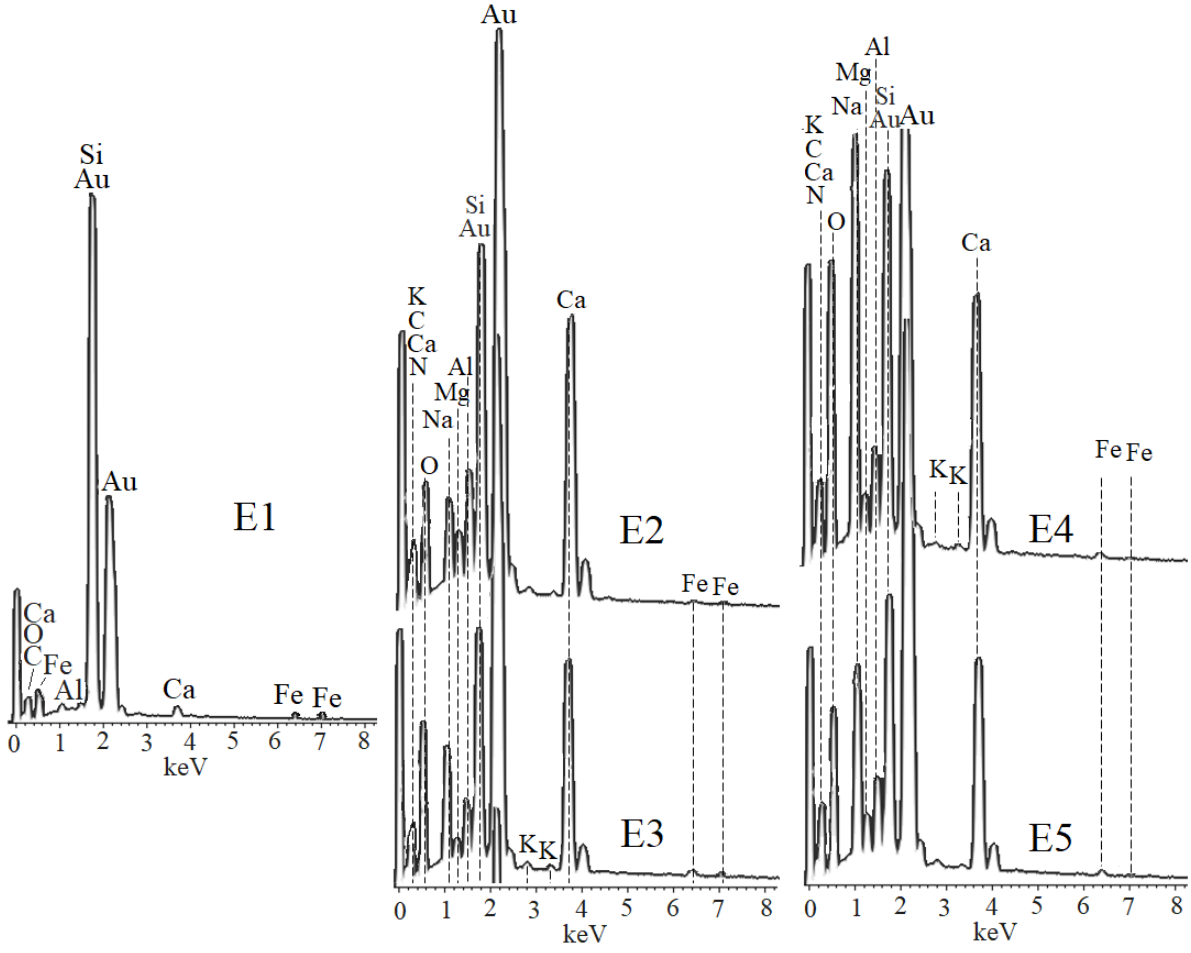



Figura 5.11 – Espectros de EDS dos pontos E1-E5 para o RMO estabilizado por LAA. Fonte: Autor

Tabela 5.3 – Análise elementar por EDS para o RMO estabilizado por LAA.

| | Elementos (massa %) | | | | | | | | | | Relações | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| EDS | C | N | O | Na | Mg | Al | Si | K | Ca | Fe | Ca/Si | Na/Si | Si/Al |
| E1 | 44.7 | - | 23.6 | 0.72 | - | 0.2 | 29.3 | - | 1.11 | 0.3 | - | - | - |
| E2 | 28.2 | 6.7 | 36.8 | 4.02 | 1.5 | 2.7 | 8.1 | - | 11.8 | 0.3 | 1.46 | 0.50 | 3.00 |
| E3 | 27.3 | 3.6 | 44.3 | 5.84 | 0.7 | 1.6 | 6.01 | 0.2 | 9.68 | 0.8 | 1.61 | 0.97 | 3.76 |
| E4 | 25.2 | - | 45.7 | 12.3 | 0.9 | 1.6 | 6.29 | 0.1 | 7.44 | 0.5 | 1.18 | 1.96 | 3.93 |
| E5 | 27.9 | 4.4 | 41.6 | 8.13 | 1.2 | 1.9 | 5.97 | - | 8.42 | 0.5 | 1.41 | 1.36 | 3.14 |
| Área total | 25.5 | 0.0 | 44.6 | 7.5 | 1.0 | 2.0 | 9.4 | 0.2 | 8.2 | 1.7 | - | - | - |

Fonte: Autor

A análise também permitiu identificar produtos de reação cobrindo estas partículas, que correspondem aos géis cimentantes amorfos, corroborando as análises de DRX e FTIR.

Os espectros de EDS dos pontos E2-E5 foram obtidos nestes géis, indicando uma composição geral de Ca, Al, Si e Na (Figura 5.11 e Tabela 5.3). Este resultado é consistente com os obtidos por DRX e FTIR, que indicaram que o principal produto de reação do LAA foi o gel C(N)-A-S-H. A distribuição destes elementos ao longo de toda área, demonstrada pelas suas distribuições sobrepostas (cores azul, laranja, ciano e verde na Figura 5.12), indicaram a alta homogeneidade do gel cimentante e confirmou a baixa porosidade da matriz do RMO estabilizado por LAA.

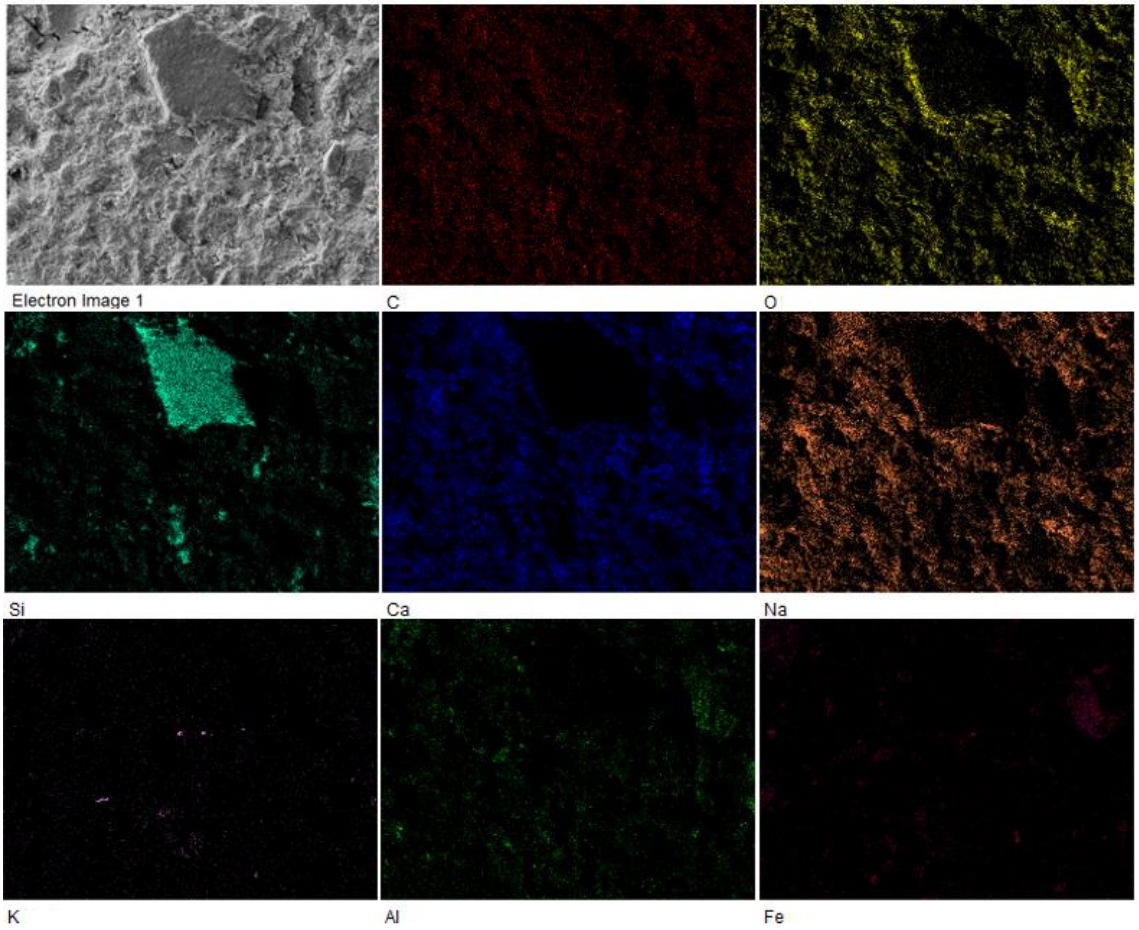



Figura 5.12 – Mapeamento elementar por EDS para o RMO estabilizado por LAA. Fonte: Autor

Os teores elevados de Na e Ca indicaram a presença de um gel alcalino híbrido, no qual o sódio parcialmente substituiu íons $Ca^{2+}$ liberados pela EGAF, formando o gel C-N-A-S-H (Garcia-Lodeiro *et al.*, 2011; García-Lodeiro *et al.*, 2010). O processo de reação ocorre devido a similar eletronegatividade e raio iônico dos íons $Na^{+}$ e $Ca^{2+}$, permitindo esta troca entre si (Lotero *et al.*, 2023). No entanto, a análise de EDS indicou que a composição do gel no plano trilinear Ca-Si-Al (Figura 5.13) é similar ao obtido para géis puramente C-(A)-S-H,

conforme representado pela região em vermelho proposta por Garcia-Lodeiro *et al.* (2011). Cabe ressaltar, que a análise EDS principalmente indica a composição média de diferentes fases que interagem com os feixes de elétrons. Isto é, existe a possibilidade da coexistência de diferentes fases nestas regiões, incluindo gehlenita hidratada, Ca(OH)2, carboaluminatos, e gel C-A-S-H de alto teor de Ca (Garcia-Lodeiro *et al.*, 2011), o que concorda com as fases identificadas por DRX e FTIR.

As relações de Ca/Si, Na/Si e Si/Al em cada ponto analisado por EDS do gel cimentante estão apresentados na Tabela 5.3. Todos valores de Na/Si são considerados elevados, com o mínimo obtido de 0.50, o que indica níveis de sódio consideravelmente elevados (García Lodeiro *et al.*, 2009). Os valores de Ca/Si e Si/Al são muito próximos aos valores encontrados para EGAF ativada por HS e SS (García-Lodeiro *et al.*, 2010; Puertas *et al.*, 2011). Os géis identificados são caracterizados por altas quantidades de tetraedros de aluminossilicatos nas suas estruturas, acoplados com grande interconexão entre estas espécies, ou seja, géis com alto grau de polimerização, o que resulta em estruturas mais homogêneas e densas (Lotero *et al.*, 2023). Estas propriedades do RMO estabilizado por LAA explicam a excelente resposta mecânica observada anteriormente para esta matriz (Capítulo 4).

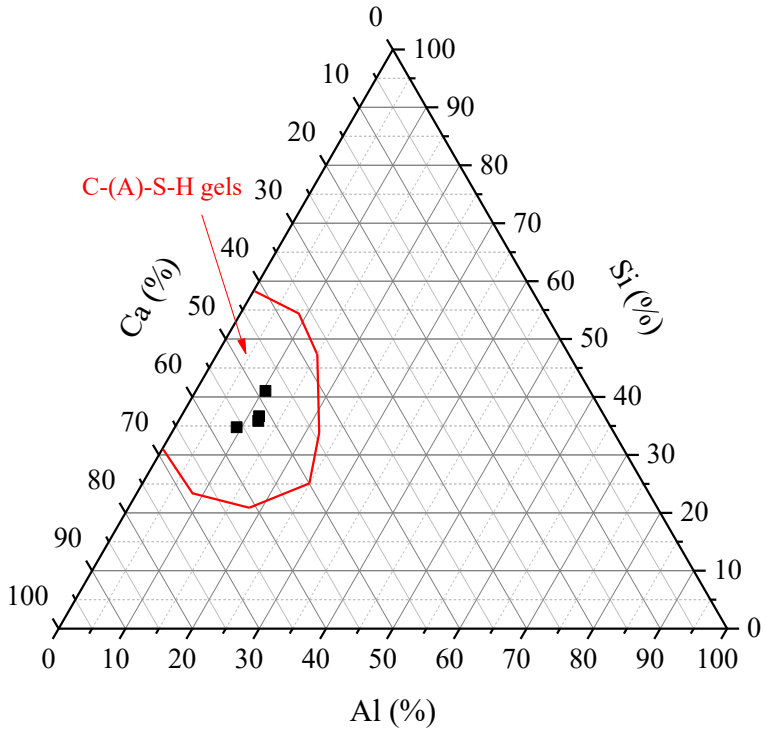



Figura 5.13 – Análise de elementar do gel por EDS no plano Ca-Al-Si para o RMO estabilizado por LAA. Fonte: Autor

De forma similar, foi realizada uma análise de MEV/EDS em um ponto de maior concentração do gel cimentante também para o RMO estabilizado com CPIV. A Figura 5.13 indica os pontos (E1-E4) onde a análise de EDS foi realizada. De acordo com os espectros apresentados na Figura 5.13 e a quantificação demonstrada na Tabela 5.4, foi possível confirmar a predominância de um gel cimentante do tipo C-(A)-S-H, previamente reportado. O ponto de análise E1 apresentou composição discrepante, sendo provavelmente resultante de uma partícula do RMO coberta apenas parcialmente por pouca quantidade de gel cimentante.

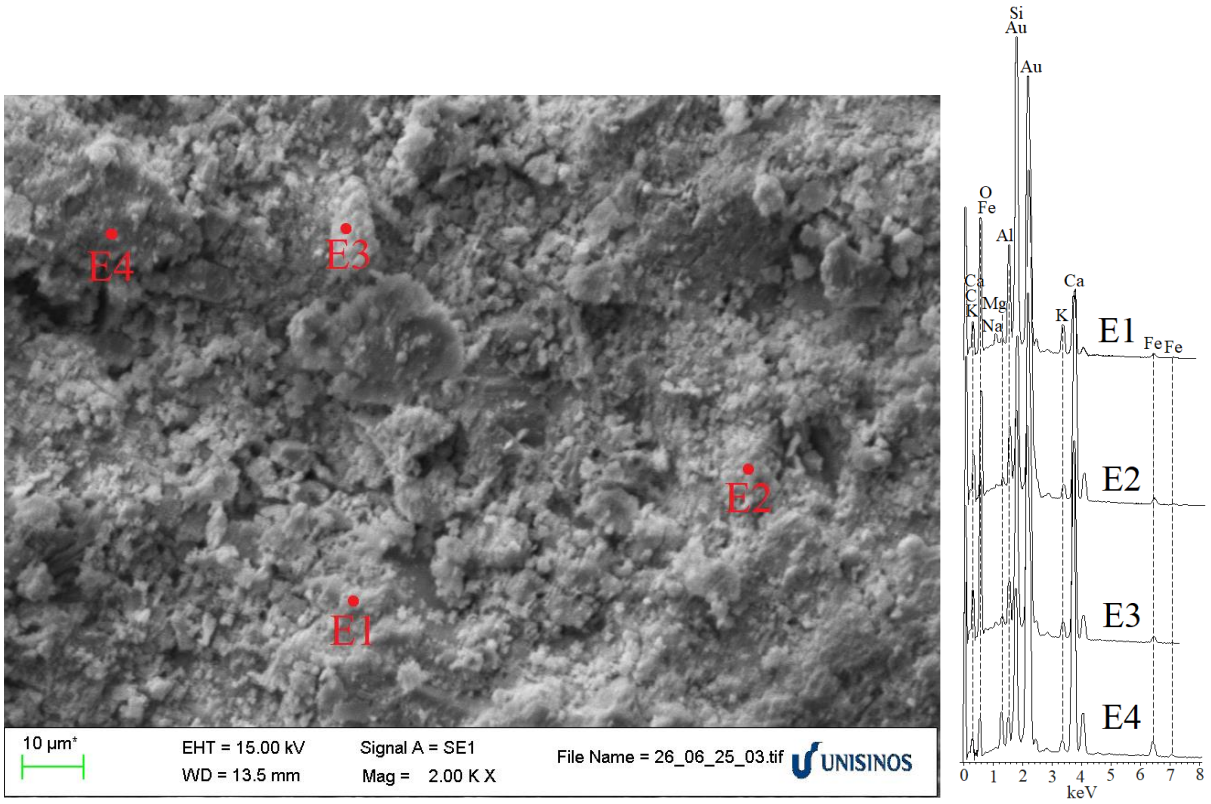



Figura 5.13 – Micrografia em 500x com pontos de análise de EDS para o RMO estabilizado por CPIV. Fonte: Autor

Tabela 5.4 – Análise elementar por EDS para o RMO estabilizado por CPIV.

| | Elementos (massa %) | | | | | | | | | | Razão | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| EDS | C | N | O | Na | Mg | Al | Si | K | Ca | Fe | Ca/Si | Si/Al |
| E1 | 34.59 | | 52.89 | 0.55 | 0.17 | 2.12 | 6.18 | 0.99 | 2.16 | 0.35 | 0.35 | 2.92 |
| E2 | 36.27 | | 50.49 | | 0.22 | 1.4 | 3.03 | 0.49 | 7.6 | 0.5 | 2.51 | 2.16 |
| E3 | 34.45 | | 54.27 | | 0.23 | 0.93 | 3.49 | 0.43 | 5.75 | 0.45 | 1.65 | 3.75 |
| E4 | 25.53 | 14.05 | 35.83 | | 1.51 | 0.93 | 4.47 | 0.52 | 15.34 | 1.81 | 3.43 | 4.81 |
| Área total | 32.9 | 0.0 | 47.8 | 0.0 | 1.4 | 1.6 | 4.8 | 0.9 | 9.4 | 1.3 | - | |

Fonte: Autor

Os géis C-A-S-H na amostra de RMO estabilizado por CPIV apresentaram relações Ca/Si maiores que aqueles formados pela EGAF álcali-ativada (Puertas *et al.*, 2011). No entanto, as relações Si/Al apresentaram valores próximos. Isto indica que o alumínio exerceu papel fundamental na formação dos géis C-A-S-H, sendo um importante produto de reação, não limitado apenas a géis C-S-H. Estes produtos de reação estão associados com o processo de hidratação do cimento Portland utilizado (Gutiérrez-Orrego *et al.*, 2024). O mapeamento elementar por EDS indicou uma distribuição homogênea dos principais elementos componentes dos géis cimentantes (Figura 5.14).

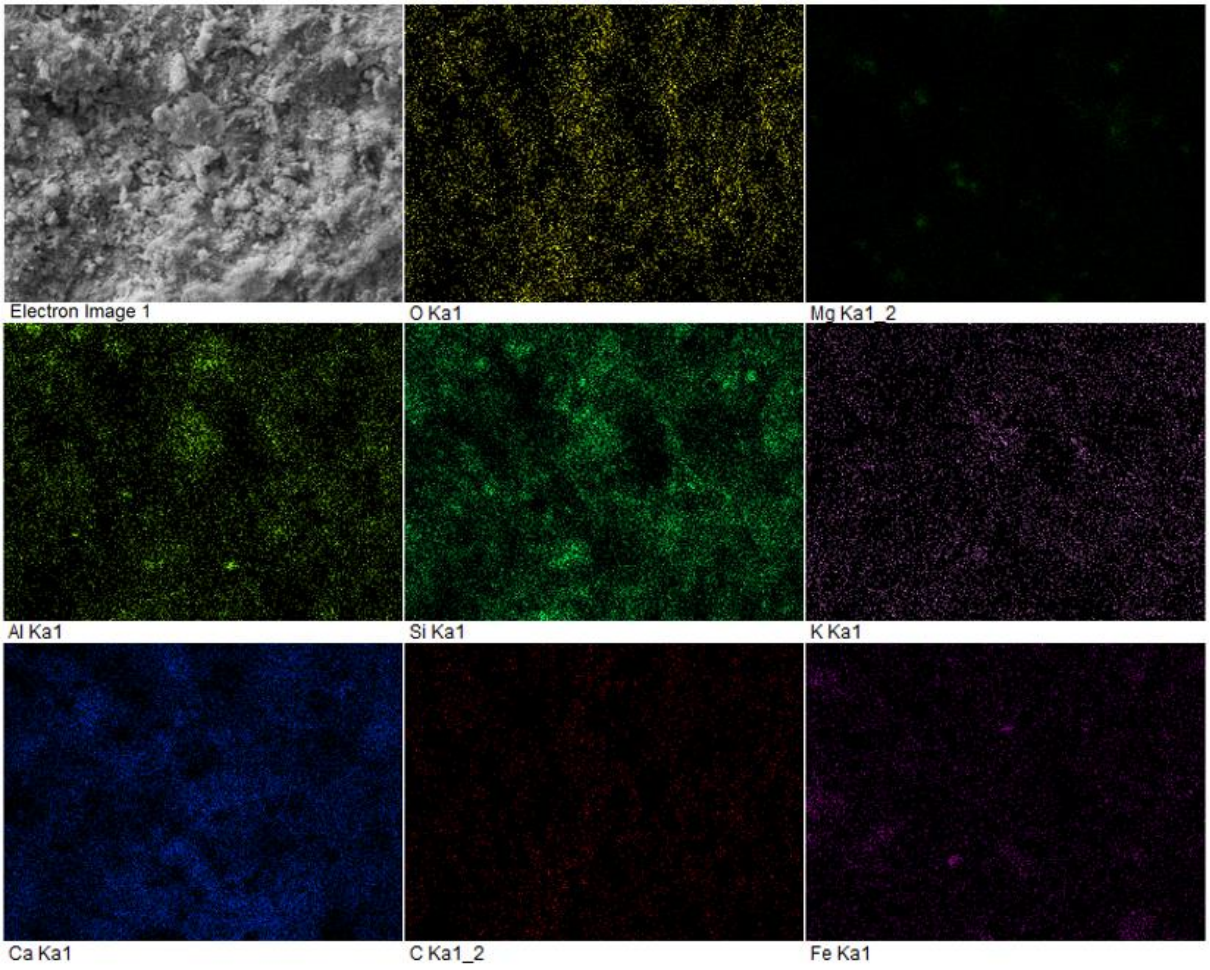



Figura 5.14 – Mapeamento elementar por EDS para o RMO estabilizado por CPIV. Fonte: Autor

# 6 ESTUDO DE SOLIDIFICAÇÃO/ESTABILIZAÇÃO DE METAIS

O estudo ambiental proposto consiste na avaliação do rejeito de mineração de ouro por diferentes ensaios de lixiviação (pelo método da NBR e em coluna), bem como do rejeito de mineração de ouro estabilizado pelo ligante alcalino e por cimento Portland (pelos dois métodos citados e por lixiviação de resíduos monolíticos).

## 6.1 LIXIVIAÇÃO E CLASSIFICAÇÃO AMBIENTAL DO REJEITO

A partir do procedimento descrito no item 3.3.6, o rejeito de mineração de ouro foi submetido à classificação da NBR 10004 (ABNT, 2004a). Para tal, foram adotados os ensaios de lixiviação e solubilização do RMO, com os resultados para cada apresentados na Tabela 6.1. Concomitantemente, estão apresentados os limites de concentração (em $mg.L^{-1}$) dispostos no Anexo F e Anexo G para o extrato lixiviado e solubilizado, respectivamente. É possível verificar que o RMO não ultrapassa nenhum limite de concentração no extrato lixiviado, sendo classificado como resíduo não perigoso. Apesar disso, no extrato solubilizado foi ultrapassada a concentração limite de Arsênio (As) e Bário (Ba). Assim, o RMO é classificado como um resíduo não perigoso e não inerte (Classe II A), devido à solubilização dos metais pesados As e Ba. Estes resultados estão de acordo com ensaios de FRX realizados no RMO, que evidenciaram teores consideráveis de As e Ba (Tabela 3.7).

Para realizar uma análise mais abrangente, na Tabela 6.2 estão apresentados mais 6 referenciais de limites de concentrações de metais de diferentes instituições e países. É possível verificar que apesar do extrato lixiviado não ultrapassar os limites de toxicidade do Anexo F da NBR 10004 (ABNT, 2004a) e de toxicidade e qualidade de águas potáveis da *Environmental Protection Agency* (EPA, 2004), os limites foram atingidos em outras normativas. Cabe ressaltar que o limite de toxicidade B, referido ao limite da EPA, é o limite utilizado pelo procedimento equivalente 1311 TCLP-*Toxicity characteristic leaching procedure* (USEPA, 1992). De acordo com a CONAMA 396 (CONAMA, 2008), de qualidade de águas subterrâneas, os níveis de concentração de Alumínio (Al), Arsênio (As), Selênio (Se) e Manganês (Mn) são elevados. Já pela normativa holandesa de qualidade de águas subterrâneas (VROM, 2000), além do Arsênio (As), as concentrações de Bário (Ba), Cádmio (Cd) e Zinco (Zn) são elevadas. Pela normativa de qualidade de águas potáveis da *Environmental Protection Agency* (EPA, 2022) a concentração de Arsênio (As) também

ultrapassou o limite. Pelas normativas de águas subterrâneas e de água potável da Companhia Ambiental do Estado de São Paulo (CETESB, 2013, 2014), as concentrações de Al, As, Se e Mn são elevadas, além do Cd e Zn para o caso da normativa de água potável.

Nestas análises, destaca-se a presença elevada de As em relação aos limites das diferentes referências. A confirmação da composição deste metal pesado, que apresenta alta solubilidade e toxicidade mesmo em concentrações relativamente pequenas (Iakovleva *et al.*, 2016; Liu *et al.*, 2018), era um resultado esperado, tendo em vista a composição da rocha de origem (arsenopirita), conforme explorado anteriormente no item 3.4.1.

A imobilização do As em solos acontece pela adsorção em óxidos e oxi-hidróxidos metálicos e por precipitação de compostos insolúveis (no caso de solos alcalinos). Apesar destes processos de atenuação do As que podem ocorrer em solos, a capacidade é excedida em elevados teores de As, indicando possibilidade de risco de transferência para outros ambientes (Álvarez-Ayuso, 2022).

Tabela 6.1 – Resultados dos ensaios de lixiviação e solubilização do RMO.

| Extrato Lixiviado | | | Extrato Solubilizado | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Elemento | Concentração ($mg.L^{-1}$) | Limite ($mg.L^{-1}$) Anexo F | Elemento | Concentração ($mg.L^{-1}$) | Limite ($mg.L^{-1}$) Anexo G |
| Ag | 0.000 | 5.000 | Ag | 0.001 | 0.050 |
| Al | 8.100 | - | Al | 0.000 | 0.200 |
| As | 0.014 | 1.000 | As | **0.137** | 0.010 |
| Ba | 0.160 | 70.000 | Ba | **2.418** | 0.700 |
| Cd | 0.001 | 0.500 | Cd | 0.000 | 0.005 |
| Cr | 0.000 | 5.000 | Cr | 0.000 | 0.050 |
| Cu | 0.000 | - | Cu | 0.000 | 2.000 |
| Fe | 0.053 | - | Fe | 0.006 | 0.300 |
| Hg | 0.000 | 0.100 | Hg | 0.000 | 0.001 |
| Mn | 26.650 | - | Mn | 0.067 | 0.100 |
| Na | 12.346 | - | Na | 52.641 | 200.000 |
| Pb | 0.000 | 1.000 | Pb | 0.000 | 0.010 |
| Se | 0.025 | 1.000 | Se | 0.000 | 0.010 |
| Zn | 0.269 | - | Zn | 0.011 | 5.000 |
| pH | 5.90 | | pH | 7.53 | |

Fonte: Autor

Tabela 6.2 – Limites de concentração do extrato lixiviado.

| | | Limites de concentração de normativas ($mg.L^{-1}$) | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Elemento | Concentração ($mg.L^{-1}$) | A | B | C | D | E | F | G |
| Ag | 0.000 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | 8.100 | - | - | **3.5** | - | - | **0.2** | **0.1** |
| As | 0.014 | 1 | 5 | **0.01** | **0.01** | **0.01** | **0.01** | **0.01** |
| Ba | 0.160 | 70 | 100 | 0.7 | **0.05** | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0.001 | 0.5 | 1 | 0.005 | **0.0004** | 0.005 | 0.005 | **0.001** |
| Cr | 0.000 | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | 0.000 | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.053 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0.000 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | 0.00005 | 0.002 | 0.001 | 0.0002 |
| Mn | 26.650 | - | - | **0.4** | - | - | **0.1** | **0.1** |
| Pb | 0.000 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | 0.025 | 1 | 1 | **0.01** | - | 0.05 | **0.01** | **0.01** |
| Zn | 0.269 | - | - | 1.05 | **0.065** | - | 1.8 | **0.18** |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Fonte: Autor

Além disso, foram realizados ensaios de lixiviação em coluna para o RMO sem cimentação. Os resultados para o RMO compactado em diferentes GC estão apresentados na Tabela 6.3. De acordo com os resultados obtidos, observa-se que o As ultrapassa os limites das referências C, D, E, F e G, independentemente das condições de moldagem (GC de 90, 95 e 100%) e etapa do ensaio (1xVV e 3xVV) testados. Estes resultados complementam os ensaios realizados com o material em pó, sem compactação, indicando que o RMO lixivia As ao meio em diferentes condições. Isto é, mesmo quando compactado, em diferentes energias de compactação, quando um fluxo de água é induzido no meio o As pode ser lixiviado para água. Cabe ressaltar, que no ensaio de lixiviação pela NBR, o extrato lixiviado apresentou pH ácido de 5,90, enquanto para o ensaio de lixiviação em coluna apresentou pH levemente básico. Portanto, a lixiviação do As ocorreu em diferentes condições também de pH.

Em termos práticos, pilhas de RMO compactadas podem contaminar solos e corpos d'água quando um fluxo de água é percolado pelo meio, como no caso de chuvas, por exemplo. Além disso, espécies dissolvidas de As podem também ser transportadas por transporte mecânico de partículas do rejeito de mineração (Alloway, 2013). De acordo com Álvarez-Ayuso (2022), pelos efeitos adversos que podem ser causados pelo As no meio ambiente e organismos vivos, é considerado um poluente prioritário pela *EPA*, demonstrando

o potencial danoso deste elemento. Teores elevados de concentração de As no solo têm sido identificadas em áreas em que a mineração ocorreu sem o manejo adequado dos rejeitos, com valores de As superiores a 10.000 mg/kg em solos em diversas mineradoras ao redor do mundo (Razo *et al.*, 2004). Além disso, concentrações elevadas de As também foram verificadas em corpos d'água em regiões afetadas pela mineração (Hiller *et al.*, 2012; Ritchie *et al.*, 2013), incluindo elevados teores acima de 5 $mgL^{-1}$ (Razo *et al.*, 2004).

Além de As, outros elementos ultrapassaram limites de concentração de diferentes referências. O Cu ultrapassou os limites D e G para todas as situações testadas. O Mn ultrapassou os limites F e G para o GC=90% e 95%, indicando que a apenas a compactação já foi uma barreira física efetiva para uma menor lixiviação do elemento. Em relação ao Se, os limites C, E, F, G foram ultrapassados em boa parte das situações, com observação da diminuição da concentração para 3xVV, indicando que a maior parte lixiviada do Se aconteceu nos instantes iniciais de percolação. Por fim, para o Zn, o limite da referência G foi ultrapassado apenas para GC=90%, com diminuição da concentração observada para maiores densidades de compactação. De forma similar, para o limite D, a concentração também diminuiu com o aumento da densidade de compactação, porém só foi efetiva para GC=100%. Concentrações elevadas destes elementos em ensaios de lixiviação em coluna foram também verificadas em RMO anteriormente estudado (Pereira dos Santos, 2021). Minerais sulfetados presentes no RMO, como a pirita, arsenopirita e calcocita, podem oxidar na presença de água e ar, liberando óxidos metálicos como FeO e CuO (Nehdi; Tariq, 2007). A oxidação de calcocita ($Cu_2S$) pode explicar a lixiviação de Cu nos ensaios de lixiviação em coluna do RMO.

Apesar das concentrações lixiviadas no ensaio de lixiviação em coluna não ultrapassarem os limites de toxicidade da NBR 10004, caracterizando o extrato lixiviado como não-perigoso, limites de outras normativas evidenciaram seus altos teores, mesmo com água utilizada para percolação. As concentrações de metais apresentadas já demonstram o potencial poluente que o RMO apresenta no ambiente, podendo causar problemas de riscos à flora, fauna e saúde humana por contaminação por lixiviação em corpos d'água. Isso demonstra a importância da aplicação da técnica de (S/E) no RMO. A análise da efetividade da técnica, em termos ambientais, se dá pelos ensaios de lixiviação que serão apresentados a seguir nos itens 6.2 a 6.4. Metais pesados como Cd, Ni, Cu, Pb e Zn podem ser imobilizados/encapsulados por ligantes álcali-ativados usando resíduos aluminossilicatos, formando um elemento monolítico sólido (Bankowski *et al.*, 2004; Ivan Diaz-Loya *et al.*,

2012; Nikolić *et al.*, 2014; Van Jaarsveld *et al.*, 1998). Nestes casos, os metais pesados são imobilizados pela formação de hidróxidos em ambientes altamente alcalinos ou encapsulados na estrutura cimentada, além da possibilidade de um processo conjunto (Zhang *et al.*, 2008; Zheng *et al.*, 2010). No entanto, um importante aspecto a ser analisado é a possibilidade da mobilização e solubilização de metais pesados impostos pelo ambiente alcalino promovido pelo caráter do ligante utilizado. Alguns oxiânions como o As, Cr e Se são de difícil imobilização devido a sua elevada mobilidade em condições altamente alcalinas (Kiventerä *et al.*, 2019), sendo relatados em pesquisas anteriores altas concentrações de metais como o As e o Cr depois da ativação alcalina (Ahmari; Zhang, 2013; Álvarez-Ayuso *et al.*, 2008; Izquierdo *et al.*, 2009). Logo, a estabilização com ligante alcalino deve ser também analisada.

Tabela 6.3 – Concentração de metais do extrato lixiviado do RMO no ensaio de lixiviação em coluna.

| El. | RMO | | | | | | Limites de concentração ($mg.L^{-1}$) | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | GC=90% | | GC=95% | | GC=100% | | | | | | | | |
| | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | A | B | C | D | E | F | G |
| Ag | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | 0.0173 | 0.0161 | 0.0206 | 0 | 0.0188 | 0.013 | - | - | 3.5 | - | - | 0.2 | 0.1 |
| As | **0.483** | **0.472** | **0.464** | **0.462** | **0.283** | **0.257** | 1 | 5 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| Ba | 0.0259 | 0.0229 | 0.0255 | 0.0216 | 0.0285 | 0.02 | 70 | 100 | 0.7 | 0.05 | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0.000283 | 0.000025 | 0.000034 | 0.5 | 1 | 0.005 | $4x10^{-4}$ | 0.005 | 0.005 | 0.001 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | **0.411** | **0.199** | **0.382** | **0.169** | **0.214** | **0.11** | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.0288 | 0.0105 | 0.0263 | 0.00911 | 0.0187 | 0.00863 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | $5x10^{-5}$ | 0.002 | 0.001 | $2x10^{-4}$ |
| Mn | **0.154** | **0.151** | **0.137** | **0.149** | 0.0208 | 0.0501 | - | - | 0.4 | - | - | 0.1 | 0.1 |
| Pb | 0.00341 | 0.00127 | 0.00446 | 0.00053 | 0.00153 | 0.0027 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | **0.107** | **0.0528** | **0.088** | **0.0418** | **0.0674** | **0.0286** | 1 | 1 | 0.01 | - | 0.05 | 0.01 | 0.01 |
| Zn | **0.283** | **0.2991** | **0.141** | **0.162** | 0.0194 | 0.0438 | - | - | 1.05 | 0.065 | - | 1.8 | 0.18 |
| pH | 8.21 | 8.44 | 8.12 | 8.38 | 7.88 | 8.05 | | | | | | | |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Fonte: Autor

## 6.2 LIXIVIAÇÃO PELA NBR EM AMOSTRAS CIMENTADAS

Após os ensaios de compressão nas amostras estabilizadas, foram selecionados alguns tratamentos para avaliação dos fatores controláveis em relação a efetividade da técnica de S/E. Optou-se por analisar as amostras que resultaram em melhor resposta mecânica, a curto e

longo prazo, para os dois tipos de ligantes testados. Além disso, foram selecionadas amostras com o menor teor de ligante (2%) e o menor GC (90%) por serem fatores significativos na fase 1 do estudo, para avaliação da sua influência na lixiviação de metais.

As amostras ensaiadas e seus respectivos resultados dos ensaios de lixiviação realizados pela NBR 10005, conforme descrito anteriormente, estão apresentados na Tabela 6.4. Além do limite de toxicidade da NBR 10004, os resultados foram também comparados com outras normativas, de maneira similar à realizada para o RMO. Logo, foram verificados os seguintes limites: A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Em geral, foi observada a lixiviação de metais pesados a partir da diminuição do pH imposta pelo ácido utilizado no ensaio. Isto já foi observado em diferentes materiais, como solos, sedimentos, resíduos (Cappuyns; Swennen, 2008), que podem ser explicados pelas reações de dissolução e dessorção de espécies carregadas positivamente (Barrie *et al.*, 2015a).

Tabela 6.4 – Ensaios de lixiviação pela NBR para amostras cimentadas.

| Concentração ($mg.L^{-1}$) | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| El. | RMO | LAA-RMO | | | | | | CPIV-RMO | | | |
| | | 2% | | | 8% | | | 2% | | 8% | |
| | | 7 dias | | 63 dias | 7 dias | | 63 dias | 7 dias | 63 dias | 7 dias | 63 dias |
| | | GC=90% | GC=100% | | GC=90% | GC=100% | | GC=100% | | | |
| | | A90-2 (7) | A100-2 (7) | A100-2 (63) | A90-8 (7) | A100-8 (7) | A100-8 (63) | P100-2 (7) | P100-2 (63) | P100-8 (7) | P100-8 (63) |
| Ag | 0.000 | 0.0002 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0004 | 0.0001 | 0.0000 | 0.0000 |
| Al | 8.100 | 0.0000 | 0.0049 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0127 | 0.0000 | 0.0000 |
| As | 0.014 | 0.0000 | 0.0020 | 0.0076 | **0.1340** | **0.0713** | **2.1838** | 0.0000 | 0.0000 | **0.0552** | **0.9193** |
| Ba | 0.160 | **0.4179** | **0.4504** | **0.4134** | **0.5149** | **0.5199** | **0.0123** | **0.2884** | **0.3009** | **0.3684** | 0.0000 |
| Cd | 0.001 | **0.0022** | **0.0029** | **0.0016** | **0.0014** | **0.0012** | **0.0007** | **0.0023** | **0.0020** | **0.0012** | **0.0009** |
| Cr | 0.000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | **0.0345** |
| Cu | 0.000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 |
| Fe | 0.053 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0740 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 |
| Hg | 0.000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 |
| Mn | 26.65 | **22.8532** | **22.5432** | **20.5582** | **8.9732** | **9.7682** | 0.0184 | **20.4482** | **19.4282** | **7.4982** | 0.0000 |
| Pb | 0.000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 |
| Se | 0.025 | 0.0016 | 0.0000 | 0.0000 | 0.0006 | 0.0038 | 0.0073 | 0.0074 | **0.0114** | 0.0077 | 0.0000 |
| Zn | 0.269 | **0.0947** | **0.0972** | **0.0752** | 0.0000 | 0.0000 | 0.0000 | **0.2317** | **0.1542** | 0.0000 | 0.0000 |
| pH | 6.995 | 5.8950 | 5.9300 | 5.8600 | 6.1950 | 6.1950 | 7.1850 | 5.8400 | 6.0950 | 6.2350 | 6.3550 |

Fonte: Autor

Em relação aos limites de concentração da NBR 10004 (ABNT, 2004a), antes do processo de estabilização, o RMO não apresentou nenhum limite excedido. No entanto, após a cimentação com 8% de ligante alcalino, 63 dias de cura e 100% de GC (A100-8(63)), a concentração de As lixiviado foi de 2.1838 $mgL^{-1}$, superior ao valor de 1 $mgL^{-1}$ de limite (Figura 6.1). Isto implica que para esta amostra, o RMO que inicialmente não apresentava toxicidade devido à lixiviação de As pela NBR 10004, passou ultrapassar o limite de toxicidade.

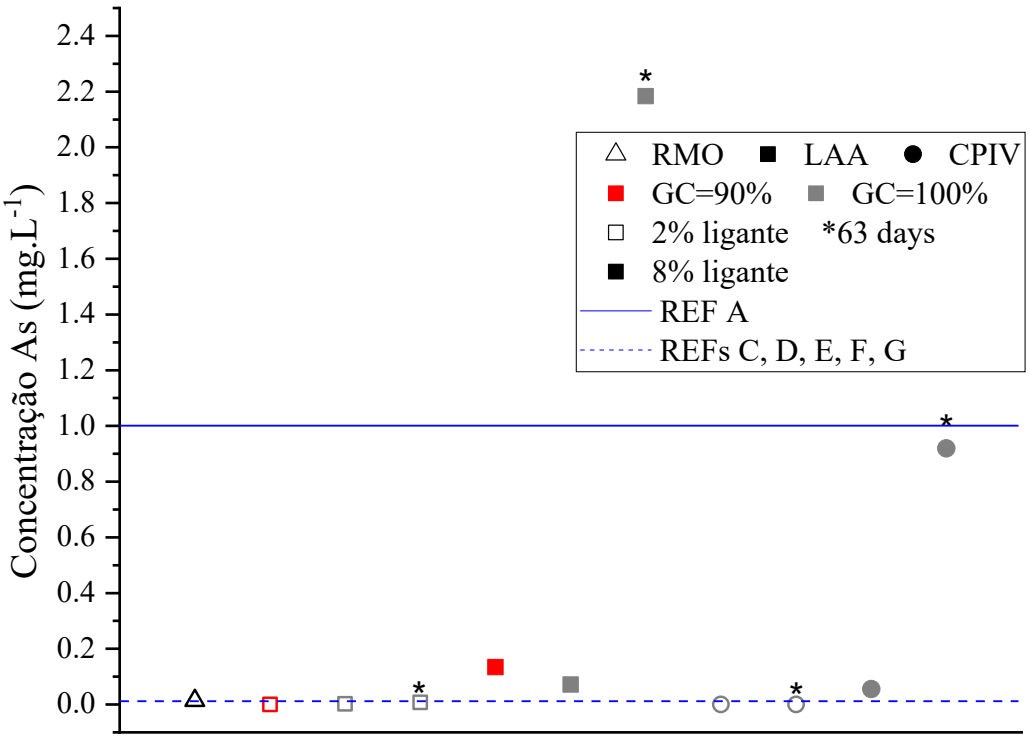



Figura 6.1 – Concentração de As lixiviado no ensaio pela NBR 10005.
Fonte: Autor

Além disso, um aumento da concentração foi observado em diferentes amostras testadas, como por exemplo o incremento de mais de 65 vezes para a amostra com cimento Portland P100-8(63). Este aumento observado em grande parte das amostras é contrário ao objetivo da técnica de S/E, que visa a diminuição da concentração de metais no extrato lixiviado. O As é facilmente adsorvido por óxidos de ferro ou alumínio, principalmente compostos amorfos, que possuem altas capacidades de adsorção. A capacidade de adsorção de As está diretamente relacionada com o pH do meio (Lee *et al.*, 2014; Wang; Mulligan, 2006), logo, ao tornar o ambiente alcalino por meio da adição do LAA ou da hidratação do CPIV, pode ocorrer a dessorção do As. Este efeito pode ser observado na Figura 6.1, na qual as

amostras que tiveram maior concentração de As foram as amostras com maior teor de ligante. Elementos oxiânions apresentam alta solubilidade em condições altamente alcalinas, além de não serem quimicamente ligados na estrutura de aluminossilicatos ativados alcalinamente (Kiventerä *et al.*, 2018b). Também os mesmos não podem precipitar como hidróxidos em condições altamente alcalinas (Chrysochoou; Dermatas, 2006).

Esta característica geoquímica do As pode explicar o aumento de sua concentração no extrato lixiviado, quando adicionado o ligante. De forma geral, de acordo com Álvarez-Ayuso (2022), três principais fatores podem estar relacionados ao resultado observado: 1) condições alcalinas podem levar à dessorção de As de minerais com superfícies de carga variável e solubilização de alguns minerais com As; 2) solubilidade maior de compostos de oxiânions formados com sódio em relação aos com cálcio; e 3) competição dos silicatos com As por pontos de adsorção.

Ademais, segundo Mesa Espitia; Lapidus (2015), pode ocorrer a oxidação alcalina da arsenopirita, liberando As do RMO, conforme Equação 14, mostrando que a arsenopirita (FeAsS) em meio alcalino ($OH^-$), leva a liberação de As sob forma de arsenato ($AsO_4^{3-}$), que é altamente móvel e tóxico no ambiente, podendo, por exemplo, contaminar águas subterrâneas.

$$2FeAsS + 100H^- + 7O_2 \leftrightarrow Fe_2O_3 + 2AsO_4^{3-} + 2SO_4 + 5H_2O \quad (14)$$

O aumento da concentração de Ba no extrato lixiviado também foi observado em grande parte das amostras cimentadas pelo LAA e CPIV, exceto aquelas curadas por 63 dias com o maior teor de ligante e GC (Figura 6.2). Este aumento do teor de bário no extrato lixiviado após o processo de cimentação também foi observado anteriormente (Kiventerä *et al.*, 2018b). O Ba é um elemento de difícil imobilização devido ao seu comportamento anfotérico, ou seja, torna-se reativo tanto em condições alcalinas quanto ácidas (Komonweeraket *et al.*, 2015b). Logo, nestas condições, o Ba contido no RMO pode lixiviar ao meio com maior mobilidade.

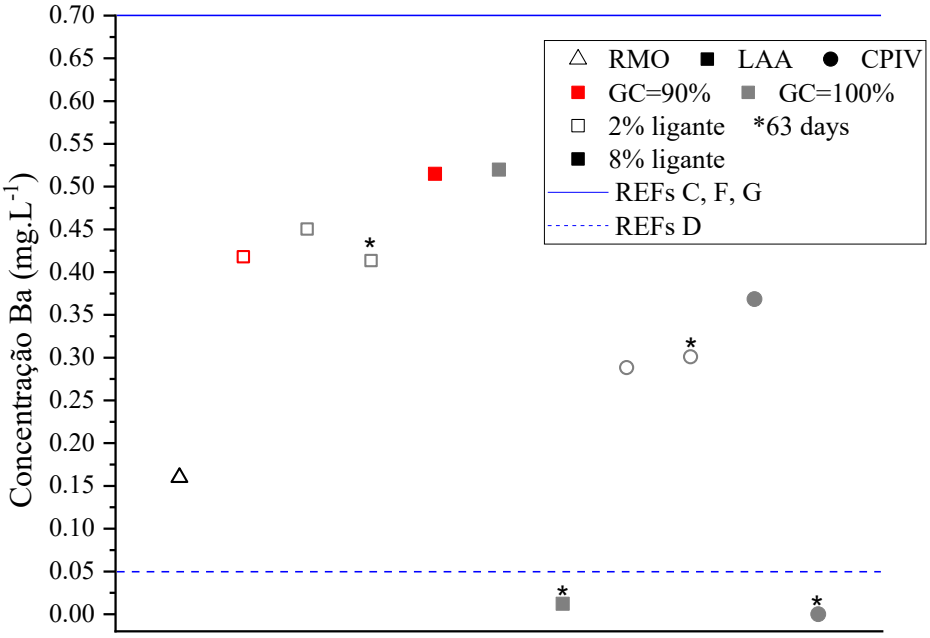



Figura 6.2 – Concentração de Ba lixiviado no ensaio pela NBR 10005.
Fonte: Autor

Apesar de um aumento inicial da concentração de Cd e Ba para algumas amostras, para aquelas com maior nível de cimentação A100-8(63) e P100-8(63), a concentração diminuiu (Figuras 6.2 e 6.3). Além disso, apesar deste aumento, inclusive ultrapassando limites de algumas normativas, em nenhuma situação o limite de toxicidade da NBR 10004 foi ultrapassado, portanto, tratando-se de uma mistura não perigosa. Para o Zn, foi observada uma diminuição da concentração lixiviada, com principal efeito observado também nas amostras de maior cimentação (Figura 6.4). Estes resultados estão de acordo com pesquisas anteriores que verificaram a capacidade de encapsulamento e imobilização de metais pesados, como o Zn e o Cd, utilizando a cimentação por álcali-ativação (Izquierdo; Querol, 2012; Kiventerä *et al.*, 2018a; Van Jaarsveld *et al.*, 1998; Yliniemi *et al.*, 2015; Zheng *et al.*, 2016). Além disso, assim como no presente trabalho, uma boa imobilização de Zn foi observada para valores de pH>6 (Barrie *et al.*, 2015b).

A concentração de Mn diminuiu conforme aumentou o pH, por meio de maiores teores de ligante ou do caráter mais básico do LAA, até atingir concentrações aceitáveis para todas referências (Tabela 6.4 e Figura 6.5). Este comportamento é esperado para o Mn, uma vez que trata-se de um metal de lixiviação catiônica, com concentração diminuindo conforme o pH é aumentado (Komonweeraket *et al.*, 2015a). Assim como observado na presente pesquisa,

anteriormente, o maior teor de Mn lixiviado em RMO foi verificado entre os valores de 4 e 6 de pH, com grande diminuição para ambientes mais alcalinos (Barrie *et al.*, 2015a).

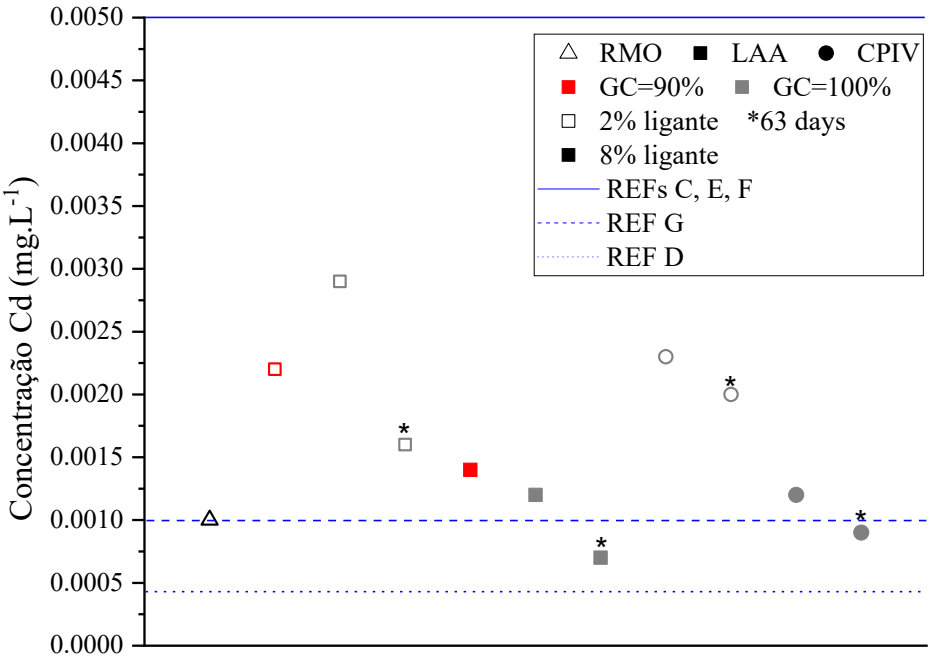



Figura 6.3 – Concentração de Cd lixiviado no ensaio pela NBR 10005.
Fonte: Autor

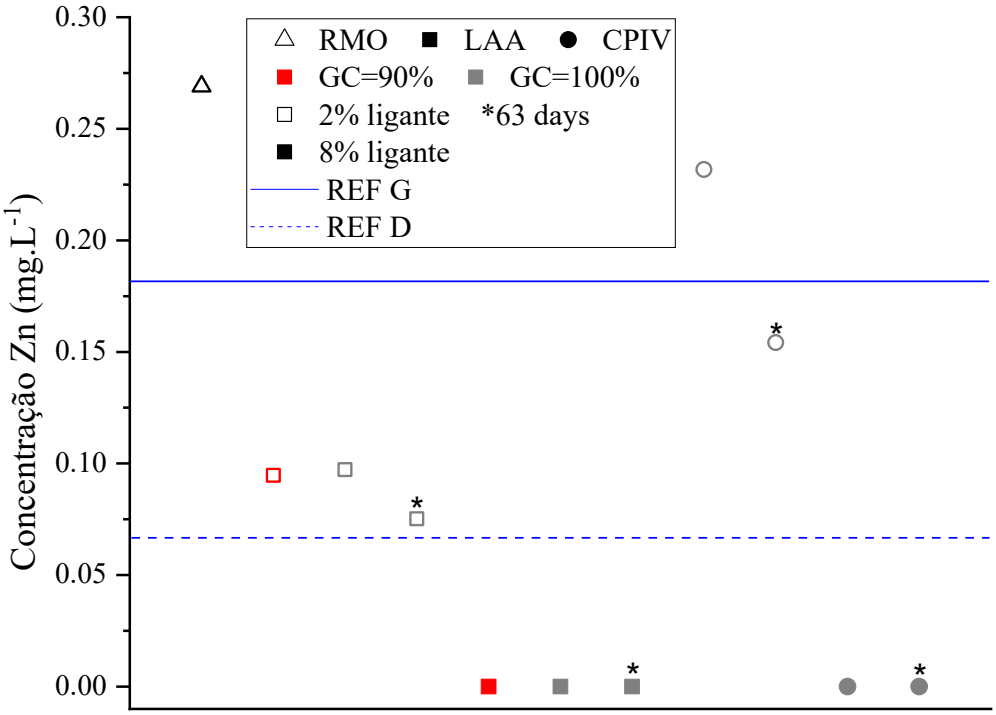



Figura 6.4 – Concentração de Zn lixiviado no ensaio pela NBR 10005.
Fonte: Autor

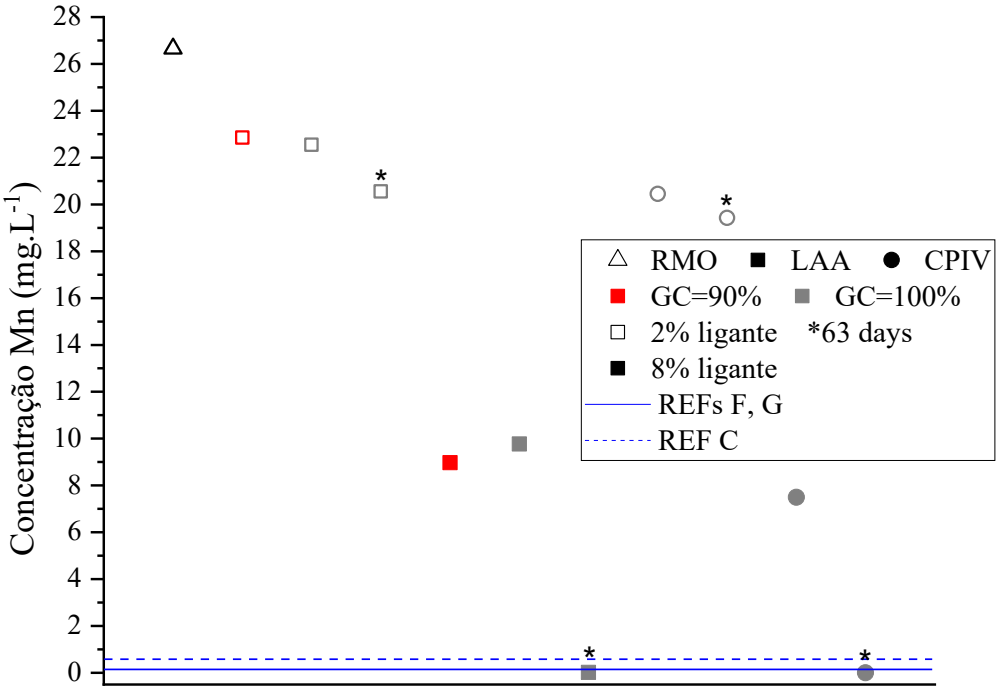



Figura 6.5 – Concentração de Mn lixiviado no ensaio pela NBR 10005. Fonte: Autor

De forma geral, dentre as 10 amostras cimentadas testadas acima, apenas uma (A100-8(63)) apresentou problema pela normativa do ensaio. Esta amostra apresentou teor de As acima do limite, sendo considerada má solução de S/E pela normativa citada, uma vez que ultrapassou o limite de toxicidade quando estabilizado. Isto indica que a composição do tratamento influencia o processo de S/E. Ressalta-se que justamente esta amostra foi a que resultou em uma maior resistência e rigidez, traduzidos por uma melhor cimentação. Todavia, este nível de requisito mecânico pode não ser necessário para o caso de *dry stacking* de RMO estabilizado, podendo, por exemplo, optar-se por misturas com 5% de ligante. Logo, este resultado de aspecto ambiental (lixiviação), demonstra que a verificação completa (mecânica, ambiental, microestrutural e durabilidade) é fundamental para a seleção do melhor tipo de ligante e dosagem para estabilização de RMO para disposição por *dry stacking*.

## 6.3 LIXIVIAÇÃO EM COLUNA EM AMOSTRAS CIMENTADAS

Assim como para os ensaios de lixiviação pela NBR, foram selecionados tratamentos para análise de lixiviação em coluna. Foram selecionadas amostras para 7 e 63 dias de cura (aquelas que resultaram em maior $q_u$ para o LAA e CPIV). As amostras ensaiadas e seus

respectivos resultados dos ensaios de lixiviação em coluna, estão apresentados nas Tabelas 6.5 e 6.6 para o LAA e para o CPIV, respectivamente. Nesta tabela estão apresentados os resultados para o extrato lixiviado coletado em volumes de 1xVV e 3xVV. Além do limite de toxicidade da NBR 10004, os resultados foram também comparados com outras normativas, de maneira similar à realizada para os ensaios da NBR 10005.

O As foi o elemento que apresentou resultados mais destacados também nos ensaios de lixiviação em coluna. Em todos os casos a concentração deste elemento ultrapassou os limites referências B, C, D, E, F e G (apresentados na Tabela 6.3). Além disso, destacam-se as amostras de RMO estabilizado pelo LAA, em que todas ultrapassaram até mesmo os limites de toxicidade das referências A (NBR 10004) e B (EPA, 2004). As concentrações de As foram maiores quanto maior foi o teor de ligante alcalino, indicando que a alcalinidade facilitou a dessorção do As. Além disso, conforme discutido no item 6.2, a maior solubilidade de compostos formados com sódio e a competição entre íons de silicatos com os de As por pontos de adsorção (Álvarez-Ayuso, 2022) podem ter causado o aumento da concentração de As até níveis extremamente elevados como de 1386.73 $mgL^{-1}$. Para as amostras estabilizadas com CPIV, também o limite de concentração da referência A foi atingido para a amostra P100-8(63), a qual apresentou o maior pH entre as amostras de cimento Portland (pH=9.52).

Tabela 6.5 – Ensaios de lixiviação em coluna para 1xVV e 3xVV para amostras cimentadas para o LAA.

| | LAA-RMO | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 2% | | | | 8% | | | | | |
| El. | 7 dias | | | | 7 dias | | | | 63 dias | |
| | GC=90% | | GC=100% | | GC=90% | | GC=100% | | | |
| | A90-2(7) | | A100-2(7) | | A90-8(7) | | A100-8(7) | | A100-8(63) | |
| | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV |
| Ag | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Al | 0.0695 | **9.06** | **1.9** | **5.82** | 0 | 0.0676 | **1.99** | **6.1** | **4.4** | **4.93** |
| As | **42.139** | **53.467** | **65.82** | **36.43** | **1386.73** | **718.085** | **210.25** | **539.726** | **32.894** | **250.65** |
| Ba | 0.0077 | 0.00173 | 0.0123 | 0.00852 | 0.00196 | 0.000053 | 0.0041 | 0 | 0.00252 | 0 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0 | **0.01011** | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Cr | **0.1** | **0.0118** | **0.0675** | **0.0208** | **0.3415** | **0.155** | **0.00585** | **0.0363** | **0.0135** | **0.0306** |
| Cu | **1.51** | **0.91** | **2.961** | **1.116** | **8.274** | **5.88** | **2.179** | **2.329** | **1.273** | **2.81** |
| Fe | **2.815** | **0.7515** | **3.115** | **1.313** | **2.779** | **1.352** | **0.636** | **2.36** | **0.215** | **1.28** |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn | 0.00081 | 0.000453 | 0.000314 | 0.000398 | 0.001109 | 0.000706 | 0.00191 | 0.000152 | 0.00553 | 0 |
| Pb | 0.00749 | **0.013113** | 0.009293 | **0.012313** | **0.196313** | **0.108313** | 0.0101 | 0.0121 | 0.0224 | 0.00806 |
| Se | **0.14695** | **0.12195** | **0.18795** | **0.09015** | **1.0773** | **0.55598** | **0.0805** | **0.369** | **0.0822** | **0.147** |
| Zn | 0.00283 | 0.0388 | 0.0368 | 0.0594 | **0.842** | **0.599** | 0.078 | 0.0839 | 0.192 | 0.139 |
| pH | 8.81 | 9.09 | 9.18 | 9.33 | 9.48 | 9.44 | 8.98 | 12.63 | 8.57 | 11.98 |

Fonte: Autor

Tabela 6.6 – Ensaios de lixiviação em coluna para 1xVV e 3xVV para amostras cimentadas para o CPIV.

| El. | CPIV-RMO | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | 2% | | 8% | | | |
| | 7 dias | | | | 63 dias | |
| | GC=100% | | | | | |
| | P100-2(7) | | P100-8(7) | | P100-8(63) | |
| | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV | 1xVV | 3xVV |
| Ag | 0.00127 | 0.000721 | 0.000253 | 0.000614 | 0 | 0 |
| Al | 0.0635 | 0.0269 | 0 | 0.0198 | **1.64** | **12.8** |
| As | **0.412** | **0.296** | **0.0542** | **0.0784** | **7.844** | **0.799** |
| Ba | 0.0432 | 0.0397 | 0.00331 | 0.00238 | 0.000282 | 0 |
| Cd | 0 | 0 | **0.0024** | 0.000286 | 0 | 0 |
| Cr | **0.423** | **0.622** | 0 | 0 | **0.0203** | **0.00715** |
| Cu | **0.0361** | **0.422** | **0.00853** | **0.0142** | **0.0851** | **0.0765** |
| Fe | 0.159 | 0.108 | 0 | 0 | 0.0515 | 0.00389 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn | 0.0109 | 0.000844 | 0.0179 | 0.00768 | 0 | 0 |
| Pb | 0.00142 | 0.000942 | 0 | 0 | 0.00111 | 0.00959 |
| Se | **0.023** | **0.0339** | 0 | 0 | **0.0403** | **0.0249** |
| Zn | 0 | 0.016 | 0.594 | 0.165 | 0 | 0 |
| pH | 8.23 | 7.9 | 8.25 | 8.08 | 8.87 | 9.52 |

Fonte: Autor

Para que seja feito uma análise do efeito da estabilização em relação ao RMO sem cimentação, a Tabela 6.7 apresenta os valores médios entre os 2 volumes de coleta do extrato lixiviado, bem como dos resultados dos ensaios de lixiviação em coluna para o RMO. Em relação aos valores médios para cada tratamento com LAA, foram observados aumentos, em geral, de concentração de Al, As, Cr, Cu, Fe e Se. Assim como a lixiviação de Al tenha aumentado ao decorrer do ensaio (maior concentração para 3VV do que 1VV), o ambiente mais alcalino imposto pela lixiviação do RMO estabilizado facilitou a dissolução de Al, já que este processo inicia em condições de acidez de pH <5 e de alcalinidades de pH>8 (Ferrazzo, 2023; Pourbaix, 1974). Em geopolímeros de escória e cinza volante álcali-ativadas, o Se e o As também não foram imobilizados devido ao aumento do pH e consequente mobilização de elementos oxiânions (Izquierdo *et al.*, 2009). O aumento de As e Cr após a ativação foi anteriormente reportado (Ahmari; Zhang, 2013; Izquierdo *et al.*, 2009). O Cr é um metal que apresenta solubilidade elevada em condições altamente ácidas e básicas, apresentando menor solubilidade em pH entre 4 e 9 (Pourbaix, 1974), sendo um forte indicativo do motivo da sua maior concentração em condições de maior pH. O aumento de concentração de Cu pode se dar pela mobilização em ambientes alcalinos pela formação de complexos de hidroxila (Barrie *et al.*, 2015b).

Tabela 6.7 – Ensaios de lixiviação em coluna médio para amostras cimentadas.

| El. | RMO | | | LAA-RMO | | | | | CPIV-RMO | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | 2% | | 8% | | | 2% | 8% | |
| | | | | 7 dias | | 7 dias | | 63 dias | 7 dias | | 63 dias |
| | | | | GC=90 | GC=100 | GC=90 | GC=100 | | GC=100 | | |
| | GC=90 | GC=95 | GC=100 | A90-2 (7) | A100-2 (7) | A90-8 (7) | A100-8 (7) | A100-8 (63) | P100-2 (7) | P100-8 (7) | P100-8 (63) |
| Ag | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.000996 | 0.000434 | 0 |
| Al | 0.0167 | 0.0103 | 0.0159 | **4.56475** | **3.86** | 0.0338 | **2.6965** | **4.665** | 0.0452 | 0.0099 | **7.22** |
| As | **0.4775** | **0.463** | **0.27** | **47.803** | **51.125** | **1052.406** | **398.6578** | **141.773** | **0.354** | **0.0663** | **4.3215** |
| Ba | 0.0244 | 0.0236 | 0.02425 | 0.00472 | 0.01041 | 0.001007 | 0.002063 | 0.00126 | 0.04145 | 0.002845 | 0.000141 |
| Cd | 0 | 0.00014 | 0.00003 | 0 | 0 | **0.005055** | 0 | 0 | 0 | **0.001343** | 0 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | **0.0559** | **0.04415** | **0.24825** | **0.022175** | **0.02205** | **0.5225** | 0 | **0.013725** |
| Cu | **0.305** | **0.2755** | **0.162** | **1.21** | **2.0385** | **7.077** | **3.17775** | **2.0415** | **0.22905** | 0.011365 | **0.0808** |
| Fe | 0.01965 | 0.01771 | 0.013665 | **1.78325** | **2.214** | **2.0655** | **1.453** | **0.7475** | 0.1335 | 0 | 0.027695 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Mn | **0.1525** | **0.143** | 0.03545 | 0.000631 | 0.0004 | 0.000908 | 0.001082 | 0.00277 | 0.005872 | 0.01279 | 0 |
| Pb | 0.00234 | 0.0025 | 0.002115 | **0.010303** | **0.0108** | **0.152313** | **0.01695** | **0.01523** | 0.001181 | 0 | 0.00535 |
| Se | **0.0799** | **0.0649** | **0.048** | **0.13445** | **0.1391** | **0.81664** | **0.195** | **0.1146** | **0.02845** | 0 | **0.0326** |
| Zn | **0.29105** | **0.1515** | 0.0316 | 0.020815 | 0.0481 | **0.7205** | **0.090225** | **0.1655** | 0.008 | **0.3795** | 0 |
| pH | 8.325 | 8.25 | 7.965 | 8.95 | 9.255 | 9.46 | 10 | 10.275 | 8.065 | 8.165 | 9.195 |

Fonte: Autor

De forma geral, é possível observar que a maior concentração de metais lixiviados ocorreu, na grande maioria, na amostra A90-8(7). Este fato pode ser devido ao alto teor de LAA adicionado, aumentando a alcalinidade do meio e, portanto, a mobilidade de metais oxiânions (Kiventerä *et al.*, 2018b; Lee *et al.*, 2014; Wang; Mulligan, 2006). Além disso, o GC=90% torna a amostra mais porosa e com cimentação mais fraca pela importante interação entre o GC e o teor de ligante observados na análise mecânica. Isto pode corroborar para uma maior facilidade de lixiviação de metais nestas condições perante uma percolação induzida de água. No entanto, de forma diferente ao observado nos ensaios da NBR, nos ensaios de lixiviação em coluna todas amostras de LAA ultrapassaram os limites de toxicidade da NBR 10004, quando um fluxo de água é percolado pelo material cimentado.

## 6.4 LIXIVIAÇÃO DE RESÍDUOS MONOLÍTICOS DURANTE O ENSAIO DE DURABILIDADE EM AMOSTRAS CIMENTADAS

Como os ensaios de lixiviação de resíduos monolíticos foram realizados durante os ensaios de durabilidade, as amostras investigadas foram as mesmas. A primeira mistura

adotada foi a de maior resistência obtida utilizando ligante álcali-ativado em 7 dias de cura. O tratamento em questão possui GC=100%, equivalente a 19,45kN/m³, e 8% de teor de ligante (A100-8(7)). Após, foram definidas outras três misturas: 1) com ligante alcalino, GC=100% e 2% de teor de ligante, para verificar a influência do teor de ligante na PMA; 2) com cimento Portland, GC=100% e 8% de teor de ligante, para avaliar o efeito do tipo de ligante; e 3) com ligante alcalino, GC=90% e 8% de teor de ligante, para avaliar o efeito do grau de compactação. As quatro amostras ensaiadas e seus resultados estão apresentados nas Tabelas 6.8 a 6.11, para os ciclos, 3, 6, 9 e 12, respectivamente. Além do limite de toxicidade da NBR 10004, os resultados foram também comparados com outras normativas, de maneira similar à realizada para os ensaios da NBR 10005.

É possível verificar que os elementos que ultrapassam algum dos limites internacionais são Cr, Se, As e Al. Logo, os mecanismos de lixiviação destes elementos não dependem de um ataque ácido, como nos ensaios realizados pela NBR 10005, nem de uma percolação de água pelo corpo de prova. Neste ensaio, é importante retomar que os resíduos cimentados são apenas imersos em água e submetidos aos ciclos de molhagem-secagem. De forma resumida, a Figura 6.6 ilustra as concentrações de cada elemento citado (Cr, Se, As e Al) e os respectivos limites que são ultrapassados.

Tabela 6.8 – Quantificação de metais para o ciclo 3 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos.

| | **Concentração (mg.L$^{-1}$)** | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| El. | LAA-RMO | | | CPIV-RMO | | | | | | | |
| | 2% | 8% | | | | | | | | | |
| | GC=100% A100-2(7) | GC=90% A90-8(7) | GC=100% A100-8(7) | GC=100% P100-8(7) | A | B | C | D | E | F | G |
| Ag | 0.00007 | 0.0000305 | 0.0000235 | 0.000564 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | **0.1275** | **1.86** | **2.171** | 0.08405 | - | - | 3.5 | - | - | 0.2 | 0.1 |
| As | **2.015** | **41.404** | **14.452** | **0.3605** | 1 | 5 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| Ba | 0.0003235 | 0.001185 | 0.001495 | 0.00361 | 70 | 100 | 0.7 | 0.05 | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0.000012 | 0.5 | 1 | 0.005 | 0.0004 | 0.005 | 0.005 | 0.001 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | **0.03405** | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | 0 | 0.001925 | 0 | 0 | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.06575 | 0.118 | 0.064 | 0.00332 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | 0.00005 | 0.002 | 0.001 | 0.0002 |
| Mn | 0.009145 | 0.001625 | 0.0011775 | 0.004585 | - | - | 0.4 | - | - | 0.1 | 0.1 |
| Pb | 0 | 0.000483 | 0.000456 | 0 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | 0 | **0.0335** | **0.0286** | 0.005455 | 1 | 1 | 0.01 | - | 0.05 | 0.01 | 0.01 |
| Zn | 0 | 0 | 0 | 0 | - | - | 1.05 | 0.065 | - | 1.8 | 0.18 |
| pH | 8.66 | 9.03 | 9.02 | 8.60 | | | | | | | |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Tabela 6.9 – Quantificação de metais para o ciclo 6 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos.

| El. | Concentração (mg.L$^{-1}$) | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | LAA-RMO | | | CPIV-RMO | | | | | | | |
| | 2% | 8% | | | A | B | C | D | E | F | G |
| | GC=100% | GC=90% | GC=100% | GC=100% | | | | | | | |
| | A100-2(7) | A90-8(7) | A100-8(7) | P100-8(7) | | | | | | | |
| Ag | 0.000141 | 0 | 0 | 0.0005915 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | 0.013435 | **0.1515** | 0.0929 | 0.01165 | - | - | 3.5 | - | - | 0.2 | 0.1 |
| As | **2.43** | **91** | **21.302** | **0.2585** | 1 | 5 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| Ba | 0.002065 | 0.0009705 | 0.001165 | 0.00487 | 70 | 100 | 0.7 | 0.05 | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 1 | 0.005 | 0.0004 | 0.005 | 0.005 | 0.001 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | **0.00502** | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | 0 | 0.010005 | 0 | 0 | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.0478 | 0.2605 | 0.05755 | 0.000833 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | 0.00005 | 0.002 | 0.001 | 0.0002 |
| Mn | 0.03275 | 0.006545 | 0.00357 | 0.0217 | - | - | 0.4 | - | - | 0.1 | 0.1 |
| Pb | 0.000422 | 0.000765 | 0.000825 | 0 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | 0 | **0.0673** | **0.0268** | 0 | 1 | 1 | 0.01 | - | 0.05 | 0.01 | 0.01 |
| Zn | 0 | 0 | 0 | 0 | - | - | 1.05 | 0.065 | - | 1.8 | 0.18 |
| pH | 8.20 | 8.50 | 8.52 | 8.02 | | | | | | | |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Fonte: Autor

Tabela 6.10 – Quantificação de metais para o ciclo 9 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos.

| El. | Concentração (mg.L$^{-1}$) | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | LAA-RMO | | | CPIV-RMO | | | | | | | |
| | 2% | 8% | | | A | B | C | D | E | F | G |
| | GC=100% | GC=90% | GC=100% | GC=100% | | | | | | | |
| | A100-2(7) | A90-8(7) | A100-8(7) | P100-8(7) | | | | | | | |
| Ag | 0.0002665 | 0 | 0.000393 | 0.000684 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | 0.07875 | **0.13** | **0.10245** | 0.0244 | - | - | 3.5 | - | - | 0.2 | 0.1 |
| As | **1.78** | **56.856** | **14.45** | **0.1815** | 1 | 5 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| Ba | 0.004255 | 0.001465 | 0.00234 | 0.00606 | 70 | 100 | 0.7 | 0.05 | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 1 | 0.005 | 0.0004 | 0.005 | 0.005 | 0.001 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | **0.00502** | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | 0 | 0 | 0 | 0 | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.00928 | 0.125 | 0.06035 | 0 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | 0.00005 | 0.002 | 0.001 | 0.0002 |
| Mn | 0.07575 | 0.0171 | 0.00837 | 0.03675 | - | - | 0.4 | - | - | 0.1 | 0.1 |
| Pb | 0 | 0.0021485 | 0 | 0 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | 0 | **0.05875** | **0.0296** | 0.00184 | 1 | 1 | 0.01 | - | 0.05 | 0.01 | 0.01 |
| Zn | 0 | 0 | 0 | 0 | - | - | 1.05 | 0.065 | - | 1.8 | 0.18 |
| pH | 8.49 | 8.67 | 8.40 | 8.15 | | | | | | | |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Tabela 6.11 – Quantificação de metais para o ciclo 12 do ensaio de lixiviação de resíduos monolíticos.

| | Concentração (mg.L$^{-1}$) | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| El. | LAA-RMO | | | CPIV-RMO | | | | | | | |
| | 2% | 8% | | | A | B | C | D | E | F | G |
| | GC=100% A100-2(7) | GC=90% A90-8(7) | GC=100% A100-8(7) | GC=100% P100-8(7) | | | | | | | |
| Ag | 0.0000645 | 0 | 0 | 0.0010175 | 5 | 5 | 0.05 | - | - | 0.05 | 0.1 |
| Al | 0.0735 | **0.162** | **0.1165** | 0.01405 | - | - | 3.5 | - | - | 0.2 | 0.1 |
| As | **1.49** | **57.006** | **12.052** | **0.256** | 1 | 5 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| Ba | 0.0013135 | 0.000718 | 0.00212 | 0.00591 | 70 | 100 | 0.7 | 0.05 | 2 | 0.7 | 0.7 |
| Cd | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 1 | 0.005 | 0.0004 | 0.005 | 0.005 | 0.001 |
| Cr | 0 | 0 | 0 | **0.0043** | 5 | 5 | 0.05 | 0.001 | 0.1 | 0.05 | 0.05 |
| Cu | 0 | 0.00001 | 0 | 0 | - | - | 2 | 0.015 | 1.3 | 2 | 0.05 |
| Fe | 0.00522 | 0.112 | 0.03785 | 0 | - | - | 2.45 | - | - | 0.3 | 0.3 |
| Hg | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.2 | 0.001 | 0.00005 | 0.002 | 0.001 | 0.0002 |
| Mn | 0.015545 | 0.00136 | 0.006125 | 0.0129 | - | - | 0.4 | - | - | 0.1 | 0.1 |
| Pb | 0 | 0 | 0.00079 | 0 | 1 | 5 | 0.01 | 0.015 | 0.015 | 0.01 | 0.01 |
| Se | 0 | **0.0409** | **0.0189** | 0 | 1 | 1 | 0.01 | - | 0.05 | 0.01 | 0.01 |
| Zn | 0 | 0 | 0 | 0 | - | - | 1.05 | 0.065 | - | 1.8 | 0.18 |
| pH | 8.42 | 8.65 | 8.52 | 8.36 | | | | | | | |

A=Anexo F-NBR10004 (toxicidade); B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável).

Fonte: Autor

O processo de imobilização de metais pesados pode ocorrer de forma química por incorporação na estrutura do geopolímero como cátion de balanceamento de carga ou fisicamente por encapsulamento no gel cimentante (Van Jaarsveld *et al.*, 1998). No presente processo de imobilização, a estabilização química aparenta ter predominância em relação à física, uma vez que a degradação da estrutura da cimentação durante os ciclos de secagem-molhagem não resultou em liberações significativas de metais. Este resultado também foi observado anteriormente em blocos de rejeitos de mineração com geopolímero (Ahmari; Zhang, 2013).

De forma geral, verifica-se que o teor e tipo de ligante foram muito importantes no processo. Mesmo a mistura que apresentou a maior PMA (A100-2(7)), não foi a que teve maiores teores lixiviados durante os ciclos. Isso é um indicativo de que os mecanismos de atenuação da lixiviação destes metais estão mais relacionados com a alcalinidade do meio, do que pela formação de produtos de reação cimentantes estáveis que retenham estes elementos. É possível analisar que os maiores teores lixiviados estão nos tratamentos com LAA com 8%, ou seja, maiores valores de pH. Este comportamento, para o Se, As e Al, já foram acima discutidos para os ensaios de lixiviação pela NBR 10005 e em coluna.

Em contrapartida, no caso do Cr, a única amostra analisada que ultrapassa algum limite de concentração é a de cimento Portland (P100-8(7)), para o limite de referência da Dutch list. O primeiro ponto a ser analisado é que o Cr só lixiviou acima do limite nos ensaios que utilizam água, resultando em um pH maior. Além disso, só ocorreu para o RMO estabilizado com cimento Portland.

Para a análise realizada para o Se, as misturas que ultrapassam os limites de concentração são aquelas que possuem alto teor de ligante alcalino (A100-8(7) e A90-8(7)). As concentrações são ainda maiores para o menor GC testado, indicando que a maior cimentação imposta pela forte interação entre o GC e o teor de ligante pode ser benéfica para o encapsulamento do Se. No entanto, ainda assim, a alta alcalinidade imposta pelo LAA exerce um papel fundamental para uma maior lixiviação de Se, por tratar-se de um oxiânion, conforme discutido anteriormente.

Para o Al, nos primeiros ciclos a concentração lixiviada nas misturas de alto teor de ligante alcalino é superior ao limite imposto por diversas normativas. No entanto, após o 3º ciclo de molhagem-secagem a concentração diminui. Isto indica que o Al lixivia para a água com facilidade, estando desvinculado a uma possível quebra de cimentação imposta pelos ciclos.

Por fim, o As, principal metal analisado anteriormente, apresentou comportamento similar ao obtido por outros tipos de ensaios de lixiviação. Todas amostras testadas apresentaram concentrações acima dos limites recomendados pelas referências indicadas. Este fato é ainda mais forte nos casos em que o ligante utilizado é o LAA. Além disso, também de forma similar, um menor GC resultou em uma maior concentração de As lixiviado, indicando uma maior facilidade de lixiviação neste caso. Quanto maior o teor de ligante alcalino utilizado, maior foi a concentração de As, indicando uma maior facilidade de lixiviação conforme indicado no item 6.2. Apesar de os valores de concentração de As lixiviado do resíduo monolítico apresentar um pico no 6° ciclo, todos os demais ciclos também foram superiores ao limite da NBR 10004, indicando que o tratamento com LAA nas condições indicadas fez com que o RMO ultrapassasse os limites de toxicidade quando estabilizado.

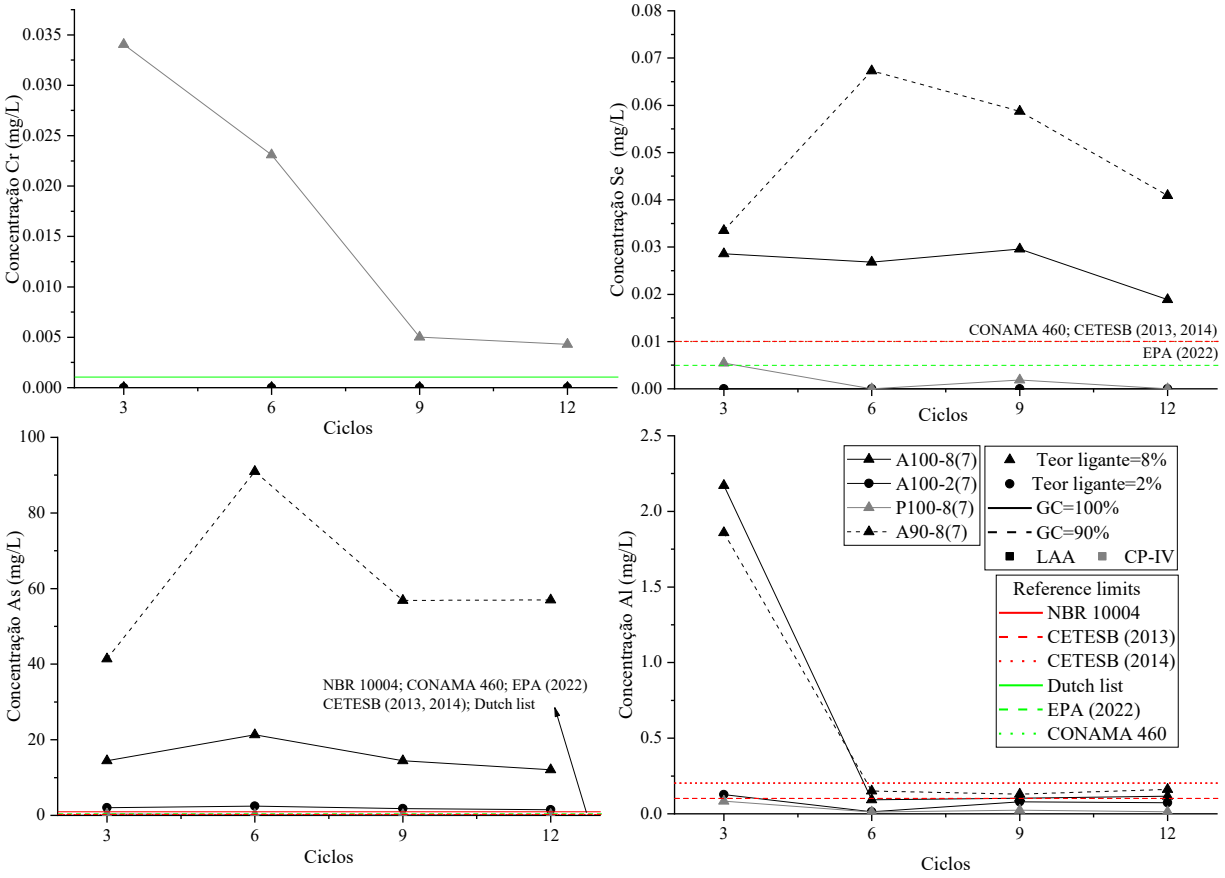



Figura 6.6 – Concentração de Cr, Se, As e Al para os diferentes ciclos ensaiados. Fonte: Autor

## 6.5 COMPARATIVO DOS ENSAIOS DE LIXIVIAÇÃO

Foram realizados três diferentes tipos de ensaios de lixiviação em amostras cimentadas. Os mecanismos de execução e de lixiviação destes ensaios são diferentes, permitindo uma robusta avaliação da lixiviação de metais do rejeito estabilizado.

O ensaio da lixiviação pelo método da NBR 10005 utiliza fragmentos do corpo de prova cimentado (de aproximadamente 9,5 mm) com ataque ácido realizado na amostra. Neste caso, a quebra da cimentação da extração dos fragmentos e o ataque ácido, que altera o pH do meio, podem influenciar os resultados. Já o método de lixiviação em coluna utilizou o corpo de prova íntegro, com fluxo d'água laminar (lento) percolando pela amostra. Por fim, o terceiro método utilizado, consiste na imersão em água do corpo de prova inicialmente intacto, com posterior ciclos de molhagem-secagem, e coleta da água para quantificação de metais que lixiviam durante o processo.

Em geral, os resultados obtidos para os ensaios dependem da referência de legislação ambiental adotada. Além disso, também variam conforme o tipo de ensaio para diferentes elementos. Cada análise, discutida individualmente de forma detalhada, foi realizada anteriormente. Para facilitar o comparativo, será analisado cada elemento separadamente, ou grupos de elementos de comportamento similar:

- *Ouro (Ag) e Mercúrio (Hg)*: Não foram identificadas quantidades significativas de nenhum dos dois elementos, antes ou após a cimentação, independentemente do método de ensaio de lixiviação adotado.

- *Alumínio (Al)*: Independentemente dos fatores tipo e teor de ligante, tempo de cura e grau de compactação, o Al teve concentração no extrato lixiviado aumentada nos ensaios de lixiviação em coluna e de resíduos monolíticos. No entanto, a concentração foi diminuída nos ensaios de lixiviação da NBR. A concentração de Al lixiviado está relacionada com o pH do meio, estando, em geral, em concentrações maiores para pH>8.5.

- *Arsênio (As)*: No ensaio da NBR para teor de ligante de 2%, a concentração lixiviada foi próxima a do material não estabilizado. Porém, para maiores teores de ligantes e todas as outras situações (tipos de ensaios, diferentes variáveis, etc.) o nível de As no extrato lixiviado aumentou, indicando que valores de pH maiores, induzidos pela adição do ligante, aumentaram a mobilidade deste elemento, principalmente inicialmente adsorvido na matriz.

- *Bário (Ba) e Cádmio (Cd)*: Está relacionado com o tipo de ensaio, independentemente das variáveis estudadas e seus níveis. No ensaio da NBR, a concentração aumentou, enquanto para o ensaio de resíduos monolíticos permaneceu similar ao do RMO. No ensaio de lixiviação em coluna, o Ba diminuiu a concentração e o Cd teve pouca variação. Estes resultados podem estar relacionados ao pH do meio e a forma em que o ensaio é realizado, conforme discutido acima.

- *Cromo (Cr)*: A concentração de Cr lixiviado está relacionada com o tipo de ensaio e tipo de ligante. Para o ensaio da NBR, todas amostras tiveram concentração similar à do material natural. Em geral, para o ensaio de lixiviação em coluna as amostras aumentaram a concentração de Cr lixiviado. Este foi o único ensaio em que as soluções verificadas apresentaram valores de pH próximos e acima de 9, sendo estas situações em que o Cr apresenta maior solubilidade. Logo, a influência do tipo de ensaio observada está fortemente ligada ao pH da solução lixiviada. Apesar de nestes ensaios não ter sido observada significante alteração pelo tipo de ligante, no ensaio de resíduos monolíticos uma importante influência foi observada. Para o LAA, no ensaio de resíduos monolíticos, o Cr não apresentou

significativas alterações do material natural, no entanto, na mistura com cimento Portland, a concentração aumentou.

- *Cobre (Cu)*: A concentração de Cu lixiviado em geral está relacionada com o tipo de ensaio. Nos ensaios da NBR e de resíduos monolíticos, a concentração alterou muito pouco em relação ao RMO não estabilizado. Já no ensaio de coluna, um comportamento geral de aumento da concentração foi observado.

- *Ferro (Fe) e Chumbo (Pb)*: A concentração lixiviada de Fe e Pb está relacionada com o tipo de ensaio e de ligante. Nos ensaios da NBR e de resíduos monolíticos, a concentração alterou muito pouco em relação ao RMO não estabilizado. Já nos ensaios de lixiviação em coluna, nas amostras estabilizadas com o LAA a concentração aumentou e nas amostras com cimento Portland o Fe permaneceu similar, enquanto o Pb diminuiu.

- *Manganês (Mn)*: A concentração lixiviada de Mn está relacionada com o tipo de ensaio e grau de cimentação. No ensaio da NBR, as amostras mais cimentadas (maior $q_u$), resultaram em menor concentração de Mn. Já nos ensaios de coluna e de resíduos monolíticos, a concentração lixiviada foi similar a do RMO não estabilizado.

- *Selênio (Se)*: A concentração lixiviada de Se está relacionada com o tipo de ensaio e de ligante. Nos ensaios da NBR a concentração alterou muito pouco em relação ao RMO não estabilizado. Já nos ensaios de lixiviação em coluna, quando utilizado o ligante alcalino, a concentração de Se aumentou, enquanto que quando utilizado cimento Portland diminuiu.

- *Zinco (Zn)*: A concentração lixiviada de Zn está relacionada com o tipo de ensaio e teor de ligante. Nos ensaios da NBR, quando utilizado 2% de ligante, as concentrações de Zn diminuíram, enquanto com 8% aumentaram. Já nos ensaios de coluna, o comportamento exatamente oposto foi observado. No ensaio de resíduos monolíticos a concentração lixiviada de Zn foi similar à do RMO não estabilizado.

Os resultados dos ensaios de lixiviação demonstram que o ambiente básico produzido pelos ativadores alcalinos não é efetivo para a imobilização de oxiânions. Cabe ressaltar, que quanto maior o teor de ligante, mais elevado o pH. Porém, pode ser que para o LAA proposto não seja necessário um teor de ligante elevado para disposição do RMO estabilizado por *dry stacking*, uma vez que o máximo teor avaliado (8%) resultou em um valor de $q_u$ de 8,55 MPa já aos 7 dias. Outra possibilidade pode ser a adição de maiores conteúdos de cálcio, ou da substituição da ativação alcalina usando hidróxido e silicato de sódio por hidróxido de cálcio. Embora não tenha sido realizada uma otimização do ligante e o estudo tenha sido feito apenas até 28 dias de cura, Kiventerä *et al.* (2018b) obtiveram bons resultados utilizando ligantes

compostos por EGAF e hidróxido de cálcio para estabilizar RMO. Quando o sistema possui cálcio disponível para as reações, é possível a estabilização de Arsênio por meio da precipitação de $Ca_3(AsO)_2$ (Coussy *et al.*, 2012). Além disso, a formação de etringita, produto de reação típico de hidróxido de cálcio em condições de presença de sulfatos e alumínio, pode estabilizar oxiânions como As, B, Se e V (Kumarathasan *et al.*, 1989). Neste caso, os oxiânions podem ser substituídos por reação com a superfície da matriz da etringita ou por íons dos canais da etringita no local do sulfato, sendo baseada na carga e tamanho dos íons (Myneni *et al.*, 1997).

# 7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

## 7.1 SÍNTESE DOS RESULTADOS

A partir do desenvolvimento do programa experimental desta pesquisa, com suas diferentes etapas, os resultados foram sintetizados para evidenciar os comentários e observações elaborados.

**Estudo do desempenho mecânico:**

- Foram testadas diferentes condições de estabilização do rejeito de mineração de ouro utilizando um ligante de escória granulada de alto forno álcali-ativada por hidróxido e silicato de sódio. Foram utilizados 3 diferentes tempos de cura (7, 35 e 63 dias), 3 teores de ligante (2%, 5% e 8%) e 3 graus de compactação (90%, 95% e 100%). O tratamento que apresentou maior resistência foi aquele com o nível máximo das 3 variáveis (A100-8(63)), resultando em 9,18 MPa. No entanto, a mesma mistura, porém com um tempo de cura de 7 dias (A100-8(7)) resultou em 93% deste valor (8,55 MPa). Isto, atrelado ao projeto estatístico adotado, indicou que o tempo de cura não é um fator muito significativo para o LAA proposto. Logo, o LAA apresenta um grande potencial de aplicação prática em *dry stacking* de RMO devido a sua capacidade de rápida reação, apresentando resultados superiores aos tratamentos de cimento Portland CPIV, que atingiram no máximo 6,92 MPa para 63 dias de cura.

- Os fatores grau de compactação e teor de ligante foram significativos no desenvolvimento de $q_u$. De acordo com a análise de efeitos principais, um grau de compactação de 100 % atingiu o valor de $q_u$ 2 vezes maior do que quando utilizado 90% de

grau de compactação. De forma similar, o teor de ligante de 8% resultou em $q_u$ mais de 3 vezes maior do que 2% de ligante. Desta forma, ficou evidente a importância de um controle de compactação rigoroso, bem como da adoção correta do teor de ligante adequado ao uso. Além disso, ambos os fatores apresentaram um efeito de interação entre si. Isto indica que quanto maior o GC (menor a porosidade) e maior o teor de ligante, mais partículas dos materiais do ligante estarão em contato, resultando em um melhor desenvolvimento da cimentação que aumentam a resistência.

- Os resultados de $q_u$ foram correlacionados com o índice $\eta/B_{iv}$ ajustado por coeficiente interno de 0,28. Os tratamentos que utilizaram RMO estabilizados pelo LAA apresentaram boa correlação com o índice $\eta/B_{iv}$, com $R^2$ mínimo de 0,91. Os tratamentos foram correlacionados em duas curvas, uma para 7 dias de cura e outra para 35 e 63 dias de cura, evidenciando que após 35 dias de cura, o aumento de resistência é desprezível. As equações das curvas podem ser utilizadas como uma forma de dosagem racional, uma vez que pode ser calculado qual o valor de $\eta/B_{iv}$ necessário para atingir uma determinada resistência de projeto. A partir disso, o projetista pode definir como alterar os fatores teor de ligante e densidade de compactação para que seja atingida a resistência alvo. Observou-se ainda, a partir das curvas $q_u$ vs $\eta/B_{iv}$ e $q_u$ vs $\eta/C_{iv}$, que as equações das amostras de RMO estabilizados pelo LAA resultaram em um valor de escalar "A" maior, indicando o maior nível de $q_u$ obtido pelas amostras de LAA em relação as de RMO estabilizado por CPIV.

- O módulo de elasticidade secante ($E_{50}$) foi determinado a partir da deformação correspondente a 50% do valor de qu, para cada corpo de prova, a partir de sua respectiva curva tensão-deformação. Os resultados demonstraram que o maior valor de $E_{50}$ obtido (2.052 MPa) foi a partir do tratamento que utilizou o LAA nos níveis máximos de cada variável (A100-8(63)), sendo aproximadamente 1,9 vezes maior ao máximo obtido utilizando o cimento Portland. Além disso, quando utilizado o LAA, mais de 90% da rigidez final (63 dias de cura) foi atingido em apenas 7 dias de cura, demonstrando a rápida evolução das reações de polimerização do ligante. As curvas tensão-deformação demonstraram um comportamento mais rígido e frágil para o LAA, enquanto para o CPIV foi observado comportamento mais dúctil, principalmente nas idades iniciais, com rigidez mais acentuada a longo prazo em razão do caráter pozolânico do ligante.

- A análise de variância (ANOVA) indicou significância estatística de todos os fatores sobre $E_{50}$, destacando o fator teor de ligante como o mais influente, com comportamento predominantemente linear. O tempo de cura e o grau de compactação foram fatores

significativos com efeito moderado, sendo o efeito de interação entre o teor de ligante e o grau de compactação muito relevante sobre $E_{50}$, de forma similar ao observado para $q_u$. O modelo de regressão apresentou excelentes ajustes, com $R^2$ de mais de 95%, confirmando a adequabilidade do modelo para prever $E_{50}$. A correlação entre $E_{50}$ e os índices η/Biv e η/Civ revelou aumento da rigidez com a redução da porosidade e o aumento do teor de ligante, de forma a corroborar com a análise estatística. Os altos valores de rigidez, além da rápida evolução do seu desenvolvimento, demostraram o potencial do LAA como alternativa a ligantes convencionais na estabilização de RMO.

**Estudo da durabilidade:**

- Verificou-se que o menor valor de perda de massa acumulada (PMA), igual a 1,39%, foi obtido para o RMO estabilizado com LAA, com o nível máximo de grau de compactação e teor de ligante (A100-8(7)), evidenciando excelente resistência à degradação do mesmo. No entanto, a redução do teor de ligante para 2% elevou a PMA para 10,54%, confirmando a forte influência do teor de ligante na durabilidade, assim como observado para o desempenho mecânico. O nível do grau de compactação também foi um fator importante. Para um teor de ligante de 8%, o PMA passou de 2,05% (para GC=90%) para 1,39% (para GC=100%). Estes resultados indicam que maiores teores de ligante e densidades de compactação promovem maior contato e cimentação entre partículas, reduzindo a deterioração ao decorrer dos ciclos de secagem-molhagem.

- O LAA apresentou desempenho de durabilidade superior ao do cimento Portland CPIV, com menor PMA, assim como melhor desempenho mecânico. Isto pode ser atribuído à formação de géis C(N)-A-S-H e C-S-H de matrizes menos porosas e densas, ao contrário das zonas frágeis de Portlandita e etringita típicas do cimento Portland, que comprometem a ligação entre pasta e partículas. A ausência de zonas porosas na interface e o maior grau de organização dos géis cimentantes explicam a maior estabilidade do material estabilizado alcalinamente frente aos ciclos de molhagem-secagem. Os resultados corroboram estudos que apontam o LAA como uma alternativa de alto desempenho mecânico e durabilidade superior ao cimento Portland, inclusive sob condições severas de molhagem-secagem, congelamento-degelo e altas temperaturas, confirmando seu potencial em aplicações para estabilização de RMO.

**Estudo mineralógico e microestrutural:**

- Os difratogramas dos ensaios DRX mostraram alterações significativas das amostras estabilizadas em relação ao RMO natural, indicando a formação de produtos cimentantes após o processo. Na amostra estabilizada com LAA (A100-8(63)), foi possível identificar a formação de picos de baixa intensidade, característicos de géis semicristalinos do tipo C(N)-A-S-H e hidrotalcita, resultantes da ativação alcalina da EGAF. Esses picos refletem o baixo grau de cristalinidade e a presença de fases amorfas associadas à estrutura desordenada dos géis. Ainda, estas estruturas amorfas podem apresentar alto desempenho devido à formação de géis com cadeias de aluminossilicatos mais longas e reticuladas. Já na amostra estabilizada com CPIV (P100-8(63)), o DRX permitiu identificar a coexistência de diferentes produtos de reação, como géis C-(A)-S-H e etringita. No entanto, fases carbonatadas foram observadas em ambas as amostras. Apesar disso, fases mais intensas foram identificadas no material com LAA, sugerindo maior polimerização e formação de géis cimentantes, o que justifica seu melhor desempenho mecânico.

- Os espectros de FTIR das amostras de RMO estabilizadas com LAA e com CPIV apresentaram bandas comuns em 1639 e 3436 $cm^{-1}$, associadas à água e grupos hidroxila (O–H), além de um pico em 460 $cm^{-1}$, correspondente às vibrações de Si–O–Si do quartzo. No entanto, diferenças significativas foram observadas entre os tipos de ligante. Na amostra com LAA, destacou-se uma banda intensa em 960 $cm^{-1}$, típica de vibrações de alongamento assimétrico de Si–O de unidades $Q^2$, indicando a formação de géis cimentantes C-(A)-S-H e híbridos C(N)-A-S-H, resultantes da substituição parcial de $Na^+$ por $Ca^{2+}$. Também foram identificadas bandas em 900, 657 e 605 $cm^{-1}$, associadas à estrutura do gel C-A-S-H e à incorporação de Al nos tetraedros de silicato, sugerindo uma matriz mais polimerizada e complexa. Já a amostra estabilizada com CPIV apresentou bandas adicionais em 796–781 $cm^{-1}$, referentes a vibrações simétricas de Si–O–Si, e picos em 875, 1411–1429 e 719 $cm^{-1}$, que indicaram a presença mais expressiva de carbonatos ($CaCO_3$) e maior grau de carbonatação. Assim, o FTIR evidenciou que o LAA favoreceu a formação de géis híbridos e de maior polimerização, enquanto o CPIV apresentou predominância de produtos carbonatados e géis típicos da hidratação do cimento Portland.

- Os resultados de TGA mostraram diferenças marcantes entre as amostras de RMO estabilizadas com LAA e com CPIV. Para a amostra com LAA (A100-8(63)), a principal perda de massa ocorreu até 150 °C, associada à liberação de água livre e estrutural dos géis C-(A)-S-H e híbridos C(N)-A-S-H. Entre 200–400 °C, observou-se decomposição de

hidrotalcita, característica de sistemas de EGAF ativadas alcalinamente, com picos próximos de 358–380 °C devido ao uso de silicato de sódio. Picos adicionais entre 600–700 °C indicaram a descarbonização de calcita e outros carbonatos, enquanto uma perda em torno de 800 °C foi atribuída à transição de fase da wollastonita, produto da cristalização do gel C-S-H, confirmando a formação de compostos típicos de ativação alcalina com alto teor de silicato. Na amostra com CPIV (P100-8(63)), identificaram-se três etapas principais: desidratação (até 400 °C), desidroxilação (400–600 °C) e descarbonização (600–800 °C). A desidratação incluiu picos de perda de água da etringita (81 °C) e de monocarbonatos (150 °C), enquanto a desidroxilação da portlandita ocorreu em 435 °C. A descarbonização da calcita foi observada em 670 °C, com possível decomposição residual em 920 °C. Logo, o LAA formou géis híbridos e fases silicatadas mais estáveis, enquanto o CPIV apresentou produtos típicos da hidratação do cimento Portland, com maior presença de portlandita e carbonatos.

- As análises de MEV/EDS revelaram diferenças significativas na microestrutura e composição química das amostras de RMO estabilizadas com LAA e com CPIV. As micrografias do material estabilizado com LAA mostraram uma estrutura mais densa e homogênea, com menor número de macro e microporos, evidenciando um alto grau de cimentação e polimerização. O aumento do grau de compactação (GC) e do teor de ligante contribuiu para a redução da porosidade e maior contato entre partículas, resultando em estruturas mais resistentes. Em ampliações maiores (5000x), observaram-se lâminas solidificadas e aglomerados amorfos característicos de géis cimentantes, associados a produtos de reação semicristalinos. A análise de EDS confirmou a presença de Ca, Al, Si, Na, Mg e Fe, indicando a formação de géis híbridos do tipo C(N)-A-S-H, resultantes da substituição parcial de Ca por Na nos géis C-A-S-H — característica dos sistemas ativados alcalinamente. Em contraste, as amostras estabilizadas com CPIV apresentaram microestrutura mais porosa e heterogênea, ainda que com boa resistência mecânica. Foram identificados produtos típicos da hidratação do cimento Portland, como géis C-(A)-S-H e cristais de etringita em forma de “agulhas”, além de aglomerados amorfos e estruturas lamelares do tipo “*honeycomb*”. O EDS dessas amostras revelou alto teor de cálcio e ausência de sódio, confirmando a predominância de compostos derivados da hidratação convencional do CPIV. Assim, o LAA promoveu maior densificação e formação de géis híbridos, enquanto o CPIV gerou estrutura mais porosa e produtos de hidratação típicos.

- Análises adicionais de MEV/EDS de pontos de maior concentração de gel, no RMO tratado com LAA (A100-8(7)), observaram-se partículas de quartzo ($SiO_2$) recobertas por géis cimentantes amorfos, confirmados pelos altos teores de Ca, Si, Al e Na. O mapeamento elementar demonstrou uma distribuição homogênea desses elementos, indicando uma matriz densa e com baixa porosidade. A presença simultânea de Na e Ca revelou a formação de géis híbridos C(N)-A-S-H, nos quais o $Na^+$ substitui parcialmente o $Ca^{2+}$ proveniente da EGAF, originando uma estrutura altamente polimerizada e interligada. As relações Ca/Si, Na/Si e Si/Al obtidas por EDS confirmaram elevados teores de sódio e um alto grau de polimerização dos géis, condizentes com a excelente resposta mecânica e densificação microestrutural observadas. A composição média dos pontos analisados também sugeriu a possível coexistência de fases como gehlenita hidratada, portlandita e carboaluminatos, coerentes com as fases identificadas por DRX e FTIR. Em contraste, o RMO estabilizado com CPIV apresentou géis do tipo C-(A)-S-H, típicos da hidratação do cimento Portland, com maiores razões Ca/Si e valores de Si/Al semelhantes aos obtidos no LAA. Essa diferença indica que o alumínio desempenhou papel significativo na formação dos géis, embora sem a presença de sódio, característica do sistema alcalino. O mapeamento EDS revelou boa homogeneidade dos elementos principais, porém a microestrutura mostrou-se mais porosa e menos polimerizada, justificando o desempenho mecânico inferior ao observado para o ligante alcalino.

**Estudo ambiental:**

- Os resultados de lixiviação indicaram que o RMO é um resíduo não perigoso, de acordo com a classificação da NBR 10004. No ensaio de lixiviação, nenhuma concentração ultrapassou os limites desta norma, porém, no extrato solubilizado, os teores de arsênio (As) e bário (Ba) excederam os valores limites, classificando o material como resíduo não inerte (Classe II A). Essa condição é coerente com a composição elementar do RMO, evidenciada por ensaios de FRX, que indicaram teores significativos desses elementos. A análise comparativa com normativas nacionais e internacionais revelou que, embora o RMO atenda a alguns critérios de toxicidade, diversos limites são ultrapassados em cenários mais restritivos, especialmente para As, Al, Se, Mn, Cd e Zn. O arsênio destaca-se como o principal contaminante, devido à sua elevada solubilidade e toxicidade, associadas à presença de arsenopirita na rocha de origem. Ensaios de lixiviação em coluna confirmaram a mobilidade do As mesmo em condições de compactação distintas, evidenciando o risco de contaminação de solos e águas subterrâneas sob percolação de água. Outros metais, como Cu, Mn, Se e Zn,

também apresentaram comportamento dependente da compactação, com redução parcial da lixiviação em maiores densidades. Esses resultados demonstram o potencial poluidor do RMO e reforçam a necessidade de técnicas de estabilização/solidificação. Contudo, destaca-se que ambientes altamente alcalinos podem aumentar a mobilidade de oxiânions como As e Se, exigindo avaliação criteriosa da efetividade ambiental dos ligantes utilizados.

- Pelo procedimento da NBR 10005, antes do processo de estabilização, o rejeito de mineração de ouro (RMO) atendeu aos limites de concentração da NBR 10004, não apresentando lixiviação acima dos valores normativos. Contudo, após a cimentação utilizando mesmo procedimento, observou-se um aumento significativo da concentração de arsênio no extrato lixiviado, com destaque para a amostra A100-8(63), que excedeu o limite de 1 $mgL^{-1}$. Apesar deste ser o único tratamento que ultrapassou o limite da NBR 10004, esse comportamento é contrário ao objetivo da técnica de estabilização/solidificação e está associado às condições altamente alcalinas impostas pelos ligantes, que favorecem a dessorção do As, a competição por sítios de adsorção e a maior solubilidade de oxiânions, além da possível oxidação alcalina da arsenopirita, liberando arsenato altamente móvel. O bário (Ba) também apresentou aumento de lixiviação em várias amostras, refletindo sua dificuldade de imobilização em ambientes alcalinos. Em contraste, para amostras com maior teor de ligante e grau de compactação, observou-se redução das concentrações de Cd e Zn, indicando encapsulamento efetivo desses metais. O manganês (Mn) apresentou comportamento esperado, com diminuição progressiva da lixiviação em pH mais elevados, atingindo níveis aceitáveis. Esses resultados evidenciam que, de acordo com o procedimento da NBR 10005, a cimentação pode ser eficiente para alguns metais, mas desfavorável para oxiânions como o As.

- Os ensaios de lixiviação em coluna confirmaram o comportamento observado no ensaio da NBR 10005, evidenciando o arsênio (As) como o elemento de maior criticidade. Em todas as amostras analisadas, as concentrações de As ultrapassaram os limites das referências B a G (B=EPA 2004 (toxicidade); C=CONAMA 396 (águas subterrâneas); D=Dutch list (águas subterrâneas); E=EPA 2022 (água potável); F=CETESB 2014 (águas subterrâneas); G=CETESB 2013 (água potável)), sendo que, nos tratamentos com ligante álcali-ativado (LAA), os valores excederam inclusive a referência mais restritiva. Observou-se aumento da concentração de As com o incremento do teor de ligante, indicando que a alcalinidade do meio favoreceu sua dessorção e mobilização, atingindo valores extremamente elevados. Para as amostras estabilizadas com CPIV, o limite mais restritivo também foi

ultrapassado naquelas com maior pH. Em comparação ao RMO sem cimentação, os tratamentos com LAA apresentaram, em média, aumento das concentrações lixiviadas de Al, As, Cr, Cu, Fe e Se, associado ao ambiente alcalino, que favorece a dissolução de Al e a mobilidade de oxiânions. A maior lixiviação ocorreu na amostra A90-8(7), possivelmente em função do alto teor de ligante aliado ao menor grau de compactação, resultando em maior porosidade e menor eficiência de imobilização frente à percolação de água.

- No ensaio de resíduos monolíticos durante os ciclos de molhagem–secagem indicaram que os elementos que ultrapassaram limites internacionais foram Cr, Se, As e Al, evidenciando que seus mecanismos de lixiviação não dependem de ataque ácido nem de percolação de água, mas ocorrem mesmo em simples imersão. De modo geral, os resultados mostram que o tipo e o teor de ligante exercem papel determinante no comportamento ambiental dos resíduos cimentados. As maiores concentrações lixiviadas ocorreram nas misturas com 8% de ligante álcali-ativado (LAA), associadas a valores mais elevados de pH, indicando que a alcalinidade do meio controla a mobilidade desses elementos mais do que a resistência mecânica ou a estabilidade física da matriz. O selênio e o alumínio apresentaram maiores teores lixiviados em ambientes altamente alcalinos, com redução do Al após ciclos sucessivos, sugerindo rápida liberação inicial. O cromo ultrapassou limites apenas na amostra com cimento Portland, possivelmente devido ao pH elevado. O arsênio destacou-se como o contaminante mais crítico, com concentrações acima dos limites em todas as amostras, especialmente com LAA e menor grau de compactação, confirmando sua elevada mobilidade em condições alcalinas.

- Foram aplicados três métodos distintos de lixiviação em amostras cimentadas, NBR 10005, lixiviação em coluna e ensaio de resíduos monolíticos, permitindo uma avaliação abrangente do comportamento dos metais sob diferentes mecanismos de lixiviação. Os resultados demonstraram forte dependência tanto do tipo de ensaio quanto do ligante utilizado, além da influência do pH do meio. Elementos como Ag e Hg não apresentaram lixiviação significativa em nenhuma condição. Por outro lado, o alumínio e, principalmente, o arsênio mostraram aumento de mobilidade em ambientes alcalinos, sendo o As o elemento mais crítico, com elevação sistemática das concentrações após a estabilização. Metais catiônicos como Mn, Zn, Cd e Ba apresentaram comportamentos variáveis conforme o método, grau de cimentação e teor de ligante. Já elementos como Cr, Cu, Fe e Pb tiveram lixiviação fortemente condicionada ao tipo de ensaio e ao ligante empregado. De forma geral, os resultados indicam que a ativação alcalina não é eficaz para imobilizar oxiânions,

sugerindo a necessidade de sistemas com maior disponibilidade de cálcio, capazes de promover precipitação e incorporação desses elementos em fases estáveis, como compostos cálcicos. Além disso, o método de ensaio da NBR 10005 não foi adequado para análise de lixiviação de contaminantes em um resíduo alcalino, uma vez que a adição do ácido durante o ensaio tende a neutralizar o pH, não mobilizando os metais. Neste caso, os ensaios de lixiviação em coluna e de resíduos monolíticos parecem representar situações críticas que podem ocorrer em campo.

## 7.2 CONCLUSÕES

A partir dos objetivos propostos para este trabalho, planejamento e execução do programa experimental e análise e discussão dos resultados, dentro dos limites e especificações estabelecidos, foram estabelecidas as seguintes conclusões.

- O RMO estabilizado com LAA apresentou rápida evolução da resistência não confinada ($q_u$) e do módulo de elasticidade secante ($E_{50}$), atingindo mais de 90% da rigidez final em apenas 7 dias de cura, demonstrando reatividade acelerada do ligante. Logo, o tempo de cura teve efeito relativamente baixo sobre a resistência, enquanto o grau de compactação e o teor de ligante foram fatores determinantes, com efeito significativo e interativo. Valores máximos de resistência (9,18 MPa) e rigidez (2.052 MPa) foram alcançados para 100% de compactação e 8% de LAA, superando o desempenho do cimento Portland CPIV em todas as idades analisadas. Assim, a escolha adequada de densidade de compactação e teor de ligante é crucial para otimizar o desempenho mecânico do RMO estabilizado.

- Os ensaios mostraram boa correlação entre a resistência mecânica ($q_u$) e o índice $\eta/Biv$, com $R^2 \geq 0,91$. As equações obtidas permitem estimar a resistência desejada do RMO estabilizado a partir do controle de teor de ligante e densidade de compactação, possibilitando uma dosagem racional do processo de estabilização. Portanto, o índice $\eta/Biv$ mostrou-se eficiente como ferramenta para dosagem prática de RMO cimentado para dry stacking.

- Análises de DRX, FTIR, TGA e MEV/EDS evidenciaram a formação de géis híbridos C(N)-A-S-H, hidrotalcita e outras fases semicristalinas típicas de sistemas alcalinos, com baixa porosidade e alta polimerização, em contraste com os produtos do CPIV (C-(A)-S-H, etringita e carbonatos). A microestrutura do RMO estabilizado com LAA mostrou-se mais densa e homogênea, com melhor cimentação e menor porosidade, explicando o desempenho

mecânico superior. A presença de Na e Ca nos géis híbridos confirmou a eficácia da ativação alcalina na formação de uma matriz polimerizada e interligada.

- O RMO foi classificado como resíduo não perigoso, mas não inerte devido à presença de As e Ba no extrato solubilizado. A estabilização com LAA demonstrou capacidade de imobilizar parcialmente metais catiônicos (Cd, Zn, Mn) quando associados a maior grau de compactação e teor de ligante. No entanto, a lixiviação de oxiânions, principalmente arsênio, aumentou com a alcalinidade do LAA, tornando a técnica menos eficaz para esses elementos. Apesar disso, apenas um tratamento ultrapassou um limite de concentração de toxicidade da NBR e EPA. Ensaios em coluna e de resíduos monolíticos confirmaram que As é o contaminante mais crítico, com mobilidade elevada mesmo em condições de compactação máxima, destacando a necessidade de avaliação ambiental em processos de disposição de RMO cimentado por *dry stacking*.

## 7.3 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste item estão sugeridos alguns tópicos para estudos futuros, de forma a ampliar o conhecimento na área de estabilização de rejeitos de mineração.

- Verificar o comportamento mecânico do RMO estabilizado pelo LAA por meio de ensaios triaxiais sob tensões convencionais e altas;
- Verificar o comportamento ambiental da técnica de S/E para diferentes ligantes alternativos estabilizando o RMO;
- Realizar um estudo de extração sequencial no RMO para determinação da mobilidade, toxicidade e disponibilidade de elementos presentes na matriz do material;
- Elaborar um estudo químico do arsênio e suas fases presentes no RMO, para facilitar o entendimento e efetividade da técnica de S/E no RMO.
- Realizar análises de ciclo de vida (ACV) e de custo de ciclo de vida (ACCV) do processo de estabilização do RMO utilizando LAA e CPIV.
- Elaborar pilha experimental para avaliação de desafios práticos e desempenho da técnica de ativação alcalina em uma parte na estabilização de RMO.

# REFERÊNCIAS

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10004-1: Resíduos sólidos - Classificação Parte 1: Requisitos de classificação. [*s. l.*], 2024.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6457: Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. [*s. l.*], 2016a.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6458: Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm - Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água. [*s. l.*], 2017a.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6459: Solo – Determinação do limite de liquidez. [*s. l.*], 2017b.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6502: Rochas e solos - terminologia. [*s. l.*], 1995.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7180: Solo – Determinação do limite de plasticidade. [*s. l.*], 2017c.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7181: Solo – Análise Granulométrica. [*s. l.*], 2016b.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10004: Resíduos sólidos - Classificação. [*s. l.*], 2004a.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10005-Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos. [*s. l.*], 2004b.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10007: Amostragem de resíduos sólidos. [*s. l.*], 2004c.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12253: Solo-cimento — Dosagem para emprego como camada de pavimento — Procedimento. [*s. l.*], p. 3, 2012.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12653: Materiais Pozolânicos - Requisitos. [*s. l.*], 2015.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. [*s. l.*], 2017d.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16697: Cimento Portland - Requisitos. [*s. l.*], 2018.

ABNT-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR10006-Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. [*s. l.*], 2004d.

AHMARI, S.; ZHANG, L. Durability and leaching behavior of mine tailings-based geopolymer bricks. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 44, p. 743–750, 2013.

AIKEN, T. A.; GU, L.; KWASNY, J.; HUSEIEN, G. F.; MCPOLIN, D.; SHA, W. Acid resistance of alkali-activated binders: A review of performance, mechanisms of deterioration and testing procedures. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 342, p. 128057, 2022.

AKTURK, B.; ABOLFATHI, M.; ULUKAYA, S.; KIZILKANAT, A. B.; HOOPER, T. J. N.; GU, L.; YANG, E.-H.; UNLUER, C. Hydration kinetics and performance of sodium carbonate-activated slag-based systems containing reactive MgO and metakaolin under carbonation. **Cement and Concrete Composites**, [*s. l.*], v. 132, p. 104617, 2022.

AL-AMIN, K.; KAWSAR, M.; MAMUN, M. T. R. B.; HOSSAIN, M. S. Fourier transform infrared spectroscopic technique for analysis of inorganic materials: a review. **Nanoscale Advances**, [*s. l.*], v. 7, n. 21, p. 6677–6702, 2025.

ALARCON-RUIZ, L.; PLATRET, G.; MASSIEU, E.; EHRLACHER, A. The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 35, n. 3, p. 609–613, 2005.

ALLOWAY, B. J. (org.). **Heavy Metals in Soils: Trace Metals and Metalloids in Soils and their Bioavailability**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2013. 2013.(Environmental Pollution). v. 22. Disponível em: https://link.springer.com/10.1007/978-94-007-4470-7. Acesso em: 17 abr. 2025.

ÁLVAREZ-AYUSO, E. Stabilization and encapsulation of arsenic-/antimony-bearing mine waste: Overview and outlook of existing techniques. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, [*s. l.*], v. 52, n. 20, p. 3720–3752, 2022.

ÁLVAREZ-AYUSO, E.; QUEROL, X.; PLANA, F.; ALASTUEY, A.; MORENO, N.; IZQUIERDO, M.; FONT, O.; MORENO, T.; DIEZ, S.; VÁZQUEZ, E.; BARRA, M. Environmental, physical and structural characterisation of geopolymer matrixes synthesised from coal (co-)combustion fly ashes. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 154, n. 1, p. 175–183, 2008.

ANA - AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS. **Relatório de Segurança de Barragens**. [*s. l.*], 2017. Disponível em: www.ana.gov.br.

ANM. **Anuário Mineral Brasileiro: Principais Substâncias Metálicas 2022**. [*s. l.*], v. 1, 2023.

APPLETON, J. D.; WILLIAMS, T. M.; ORBEA, H.; CARRASCO, M. Fluvial Contamination Associated with Artisanal Gold Mining in the Ponce Enríquez, Portovelo-Zaruma and Nambija Areas, Ecuador. **Water, Air, and Soil Pollution**, [*s. l.*], v. 131, n. 1, p. 19–39, 2001.

ARNDT, N. Greenstone Belts. *Em*: GARGAUD, Muriel; AMILS, Ricardo; QUINTANILLA, José Cernicharo; CLEAVES, Henderson James (Jim); IRVINE, William M.; PINTI, Daniele L.; VISO, Michel (org.). **Encyclopedia of Astrobiology**. Berlin, Heidelberg: Springer, 2011.

p. 695–695. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-3-642-11274-4_676. Acesso em: 29 maio 2023.

ASENIERO, J. P. J.; OPISO, E. M.; BANDA, M. H. T.; TABELIN, C. B. Potential utilization of artisanal gold-mine tailings as geopolymeric source material: preliminary investigation. **SN Applied Sciences**, [*s. l.*], v. 1, n. 1, p. 35, 2018.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. C125-21a: Standard Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregates. [*s. l.*], 2021a.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D558: Standard Test Methods for Moisture-Density (Unit Weight) Relations of Soil-Cement Mixtures. [*s. l.*], 2020.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D559: Standard Test Methods for Wetting and Drying Compacted Soil-Cement Mixtures. [*s. l.*], 2023.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D698: Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Standard Effort (12,400 ft-lbf/ft3 (600 kN-m/m3)). [*s. l.*], 2021b.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D2434: Standard Test Methods for Measurement of Hydraulic Conductivity of Coarse-Grained Soils. [*s. l.*], 2022.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D2487-17e1: Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System). [*s. l.*], 2017.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D4874: Standard Test Method for Leaching Solid Material in a Column Apparatus. [*s. l.*], 2014.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D4972-19: Standard Test Methods for pH of Soils. [*s. l.*], 2019.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D5084: Standard Test Methods for Measurement of Hydraulic Conductivity of Saturated Porous Materials Using a Flexible Wall Permeameter. [*s. l.*], 2016.

ASTM-AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D5102M-24: Standard Test Methods for Unconfined Compressive Strength of Compacted Soil-Lime Mixtures. [*s. l.*], 2024.

AUSTROADS. **Guide to Pavement Technology Part 2: Pavement Structural Design**. [*s. l.*], p. 283, 2017.

BANKOWSKI, P.; ZOU, L.; HODGES, R. Reduction of metal leaching in brown coal fly ash using geopolymers. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 114, n. 1, p. 59–67, 2004.

BARBOSA, V. F. F.; MACKENZIE, K. J. D.; THAUMATURGO, C. Synthesis and characterisation of materials based on inorganic polymers of alumina and silica: sodium polysialate polymers. **International Journal of Inorganic Materials**, [*s. l.*], v. 2, n. 4, p. 309–317, 2000.

BARBOSA, W.; PORTELLA, K. F. Síntese e caracterização das fases minerais $C_3S$, $C_2S$, $C_3A$ e $C_4AF$ para utilização em cimento tipo Portland. **Cerâmica**, [*s. l.*], v. 65, p. 54–62, 2019.

BARRIE, E.; CAPPUYNS, V.; VASSILIEVA, E.; ADRIAENS, R.; HOLLANDERS, S.; GARCÉS, D.; PAREDES, C.; PONTIKES, Y.; ELSEN, J.; MACHIELS, L. Potential of inorganic polymers (geopolymers) made of halloysite and volcanic glass for the immobilisation of tailings from gold extraction in Ecuador. **Applied Clay Science**, [*s. l.*], v. 109–110, p. 95–106, 2015a.

BARRIE, E.; CAPPUYNS, V.; VASSILIEVA, E.; ADRIAENS, R.; HOLLANDERS, S.; GARCÉS, D.; PAREDES, C.; PONTIKES, Y.; ELSEN, J.; MACHIELS, L. Potential of inorganic polymers (geopolymers) made of halloysite and volcanic glass for the immobilisation of tailings from gold extraction in Ecuador. **Applied Clay Science**, [*s. l.*], v. 109–110, p. 95–106, 2015b.

BEDIN, J. **Estudo do comportamento geomecânico de resíduos de mineração.** Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil-UFRGS [*s. l.*], 2010. Disponível em: https://lume.ufrgs.br/handle/10183/26869. Acesso em: 29 maio 2023.

BEDIN, J. **Interpretação de ensaios de piezocone em resíduos de bauxita**. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil-UFRGS [*s. l.*], 2006. Disponível em: https://lume.ufrgs.br/handle/10183/10404. Acesso em: 29 maio 2023.

BEN HAHA, M.; LE SAOUT, G.; WINNEFELD, F.; LOTHENBACH, B. Influence of activator type on hydration kinetics, hydrate assemblage and microstructural development of alkali activated blast-furnace slags. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 41, n. 3, p. 301–310, 2011.

BERNAL, S. A. Microstructural Changes Induced by CO2 Exposure in Alkali-Activated Slag/Metakaolin Pastes. **Frontiers in Materials**, [*s. l.*], v. 3, 2016. Disponível em: https://www.frontiersin.org/journals/materials/articles/10.3389/fmats.2016.00043/full. Acesso em: 26 ago. 2025.

BERNAL, S. A.; DE GUTIERREZ, R. M.; PROVIS, J. L.; ROSE, V. Effect of silicate modulus and metakaolin incorporation on the carbonation of alkali silicate-activated slags. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 40, n. 6, p. 898–907, 2010.

BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; ROSE, V.; MEJÍA DE GUTIERREZ, R. Evolution of binder structure in sodium silicate-activated slag-metakaolin blends. **Cement and Concrete Composites**, [*s. l.*], v. 33, n. 1, p. 46–54, 2011.

BERNAL, S. A.; RODRÍGUEZ, E. D.; MEJIA DE GUTIÉRREZ, R.; PROVIS, J. L.; DELVASTO, S. Activation of Metakaolin/Slag Blends Using Alkaline Solutions Based on Chemically Modified Silica Fume and Rice Husk Ash. **Waste and Biomass Valorization**, [*s. l.*], v. 3, n. 1, p. 99–108, 2012.

BERNARDEZ, L. A.; DE OLIVEIRA, L. E. L.; DE ANDRADE LIMA, L. R. P. Acid mine drainage at the Bahia Gold Belt (Brazil): microbial isolation and characterization. **Environmental Monitoring and Assessment**, [*s. l.*], v. 193, n. 2, p. 60, 2021.

BÍLEK, V.; ŠVEC, J.; MÁSILKO, J.; SEDLAČÍK, M.; MATERAK, K.; WIECZOREK, A.; KONIORCZYK, M.; HAJZLER, J.; KUCHARCZYKOVÁ, B. Comparison of thermogravimetry response of alkali-activated slag and Portland cement pastes after stopping their hydration using solvent exchange method. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [*s. l.*], v. 150, n. 2, p. 1013–1037, 2025.

BITTAR MARIN, E. J.; QUIÑÓNEZ SAMANIEGO, R. A.; TEBECHRANI NETO, A.; CONSOLI, N. C. Cement Stabilized Soil Field Samples: Quality Control for Bases and Sub-bases. **Geotechnical and Geological Engineering**, [*s. l.*], v. 41, n. 7, p. 4169–4184, 2023.

BLÁHOVÁ, L.; MUCHA, M.; NAVRÁTILOVÁ, Z.; GOROŠOVÁ, S. Sorption Properties of Slags. **Inżynieria Mineralna**, [*s. l.*], v. 1, n. 2, 2015. Disponível em: https://inz-min.online/index.php/im/article/view/1566. Acesso em: 2 dez. 2025.

BLIGHT, G. E. **Geotechnical Engineering for Mine Waste Storage Facilities**. London: CRC Press, 2009. 2009.

BLIGHT, G.; STEFFEN, D. Geotechnics of Gold Mine Waste Disposal. **in Current Geotechnical Practice in Mine Waste Disposal**, [*s. l.*], p. 1–52, 1979.

BRAWNER, C. O.; CAMPBELL, D. B. The tailings structure and its characteristics: a soils engineer's viewpoint. **In Proceeding of Tailings Disposal Today, Tucson, Ariz.**, [*s. l.*], p. 59–101, 1973.

BREITENBACH, A. J. Overview: Tailings disposal and dam construction practices in the 21 century. *Em*: **Tailings And Mine Waste 2010**. [*S. l.*]: CRC Press, 2011.

BROUGH, A. R.; ATKINSON, A. Sodium Silicate-Based, Alkali-Activated Slag Mortars - Part I. Strength, Hydration and Microstructure. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 32, p. 865–879, 2002.

BRUSCHI, G. J. **Molding conditions effect on the geomechanical behavior of uncemented and cemented iron ore tailings under low and high confining stresses**. 2023. - Tese de doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil-UFRGS, [*s. l.*], 2023.

BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; KORF, E. P.; SALDANHA, R. B.; CONSOLI, N. C. Leaching assessment of cemented bauxite tailings through wetting and drying cycles of durability test. **Environmental Science and Pollution Research**, [*s. l.*], v. 29, n. 39, p. 59247–59262, 2022.

BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; TONINI DE ARAÚJO, M.; FERRAZZO, S. T.; MARQUES, S. F. V.; CONSOLI, N. C. Green Stabilization of Bauxite Tailings: Mechanical Study on Alkali-Activated Materials. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 33, n. 11, p. 06021007, 2021.

BS-BRITISH STANDARD. EN 15167-1: Ground granulated blast furnace slag for use in concrete, mortar and grout – Part 1: Definitions, specifications and conformity criteria. [*s. l.*], 2006.

CACCIUTTOLO VARGAS, C.; PÉREZ CAMPOMANES, G. Practical Experience of Filtered Tailings Technology in Chile and Peru: An Environmentally Friendly Solution. **Minerals**, [*s. l.*], v. 12, n. 7, p. 889, 2022.

CAIJUN, S.; YINYU, L. Investigation on some factors affecting the characteristics of alkali-phosphorus slag cement. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 19, n. 4, p. 527–533, 1989.

CALDWELL, J.; CRYSTAL, C. **Filter-pressed tailings facility design, construction, and operating guidelines**. [*S. l.: s. n.*], 2015. Disponível em: https://open.library.ubc.ca/soa/cIRcle/collections/59368/items/1.0320844. Acesso em: 14 maio 2025.

CANADIAN MINISTERY OF ENVIRONMENT. **Environmental Code of Practice for Metal Mines**. [*s. l.*], Library and Archives Canada Cataloguing in Publication., p. 108, 2009.

CAPPUYNS, V.; SWENNEN, R. The application of pHstat leaching tests to assess the pH-dependent release of trace metals from soils, sediments and waste materials. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 158, n. 1, p. 185–195, 2008.

CAREZZATO, G. de L. Dissertação (mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/SP. **Desenvolvimento, construção e aplicação de acessórios para difratometria de raios X**, [*s. l.*], 2019.

CARMO, F. F.; KAMINO, L. H. Y.; JUNIOR, R. T.; CAMPOS, I. C. de; CARMO, F. F.; SILVINO, G.; CASTRO, K. J. da S. X. de; MAURO, M. L.; RODRIGUES, N. U. A.; MIRANDA, M. P. de S.; PINTO, C. E. F. Fundão tailings dam failures: the environment tragedy of the largest technological disaster of Brazilian mining in global context. **Perspectives in Ecology and Conservation**, [*s. l.*], v. 15, n. 3, p. 145–151, 2017.

CARNEIRO, A.; FOURIE, A. B.; FOURIE, A. B.; TIBBETT, M. **Life cycle assessment of tailings management options: a conceptual case study in Western Australia**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2019. Disponível em: https://papers.acg.uwa.edu.au/p/1915_93_Carneiro/. Acesso em: 21 jun. 2024.

CARON, R.; PATEL, R. A.; MIRON, G. D.; LE GALLIARD, C.; LOTHENBACH, B.; DEHN, F. Microstructure development of slag activated with sodium silicate solution: Experimental characterization and thermodynamic modeling. **Journal of Building Engineering**, [*s. l.*], v. 71, p. 106398, 2023.

CARVALHO, J. V. de A.; WAGNER, A. C.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; CHAVES, H. M.; SILVA, J. P. S.; DELGADO, B. G.; CONSOLI, N. C. Evaluation of Strength Parameters for Application in Cemented Iron Ore Tailings Stacks. **Indian Geotechnical Journal**, [*s. l.*], v. 53, n. 4, p. 775–788, 2023.

CETESB-COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO. Relatório de Qualidade das Águas Superficiais - Anexo A - Legislações. [*s. l.*], 2013.

CETESB-COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO. VALORES ORIENTADORES PARA SOLO E ÁGUA SUBTERRÂNEA NO ESTADO DE SÃO PAULO. [*s. l.*], 2014.

CHANG, N.; HEYMANN, G.; CLAYTON, C. The effect of fabric on the behaviour of gold tailings. **Géotechnique**, [*s. l.*], v. 61, n. 3, p. 187–197, 2011.

CHAVES, L. R. da C.; HEINECK, K. S.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; CHAVES, H. M.; CARVALHO, J. V. de A.; WAGNER, A. C.; SILVA, J. P. de S.; CONSOLI, N. C. Field and laboratory study of iron ore tailings–Portland cement blends for dry stacking. **Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Geotechnical Engineering**, [*s. l.*], p. 1–10, 2023.

CHEN, H.; LI, N.; UNLUER, C.; CHEN, P.; ZHANG, Z. 200 years of Portland cement: Technological advancements and sustainability challenges. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 486, p. 144500, 2025.

CHEN, B.; PANG, L.; ZHOU, Z.; CHANG, Q.; FU, P. Study on the activation mechanism and hydration properties of gold tailings activated by mechanical-chemical-thermal coupling. **Journal of Building Engineering**, [*s. l.*], v. 48, p. 104014, 2022.

CHEN, Q. Y.; TYRER, M.; HILLS, C. D.; YANG, X. M.; CAREY, P. Immobilisation of heavy metal in cement-based solidification/stabilisation: A review. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 29, n. 1, p. 390–403, 2009.

CHRYSOCHOOU, M.; DERMATAS, D. Evaluation of ettringite and hydrocalumite formation for heavy metal immobilization: Literature review and experimental study. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 136, n. 1, Selected Proceedings of the Seventh Biennial Protection and Restoration of the Environment International Conference, p. 20–33, 2006.

CIZER, Ö.; RODRIGUEZ-NAVARRO, C.; RUIZ-AGUDO, E.; ELSEN, J.; VAN GEMERT, D.; VAN BALEN, K. Phase and morphology evolution of calcium carbonate precipitated by carbonation of hydrated lime. **Journal of Materials Science**, [*s. l.*], v. 47, n. 16, p. 6151–6165, 2012.

CNRH. Resolução n° 144. **Conselho Nacional de Recursos Híricos (CNRH)**, [*s. l.*], 2012. Disponível em: https://sistemas.anm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=7234. Acesso em: 10 ago. 2023.

CONAMA-CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE. Resolução CONAMA n° 396: Qualidade da água. [*s. l.*], 2008.

CONSELHO NACIONAL DOS DIREITOS HUMANOS - CNDH. **Relatório sobre o Rompimento da Barragem de Rejeitos da Mineradora Samarco e seus Efeitos sobre o Vale do Rio Doce**. [*s. l.*], 2017. Disponível em: https://www.gov.br/mdh/pt-br/acesso-a-informacao/participacao-social/old/cndh/relatorios/RelatriodaBarragemdoRioDoce_FINAL_APROVADO.pdf. Acesso em: 14 ago. 2023.

CONSOLI, N. C.; BITTAR MARIN, E. J.; QUIÑÓNEZ SAMANIEGO, R. A.; HEINECK, K. S.; JOHANN, A. D. R. Use of Sustainable Binders in Soil Stabilization. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 31, n. 2, p. 06018023, 2019a.

CONSOLI, N. C.; BITTAR MARIN, E. J.; QUIÑÓNEZ SAMANIEGO, R. A.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; MIRANDA, T.; CRISTELO, N. Effect of Mellowing and Coal Fly Ash Addition on Behavior of Sulfate-Rich Dispersive Clay after Lime Stabilization. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 31, n. 6, p. 04019071, 2019b.

CONSOLI, N. C.; CRUZ, R. C.; FLOSS, M. F.; FESTUGATO, L. Parameters Controlling Tensile and Compressive Strength of Artificially Cemented Sand. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 136, n. 5, p. 759–763, 2010.

CONSOLI, N. C.; DA SILVA LOPES JR., L.; HEINECK, K. S. Key Parameters for the Strength Control of Lime Stabilized Soils. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 21, n. 5, p. 210–216, 2009.

CONSOLI, N. C.; DA SILVA, A. P.; NIERWINSKI, H. P.; SOSNOSKI, J. Durability, strength, and stiffness of compacted gold tailings – cement mixes. **Canadian Geotechnical Journal**, [*s. l.*], v. 55, n. 4, p. 486–494, 2018a.

CONSOLI, N. C.; FESTUGATO, L.; FILHO, H. C. S.; MIGUEL, G. D.; NETO, A. T.; ANDREGHETTO, D. Durability Assessment of Soil-Pozzolan-Lime Blends through Ultrasonic-Pulse Velocity Test. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 32, n. 8, p. 04020223, 2020.

CONSOLI, N. C.; FOPPA, D.; FESTUGATO, L.; HEINECK, K. S. Key Parameters for Strength Control of Artificially Cemented Soils. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 133, n. 2, p. 197–205, 2007.

CONSOLI, N. C.; QUIÑÓNEZ, R. A.; GONZÁLEZ, L. E.; LÓPEZ, R. A. Influence of Molding Moisture Content and Porosity/Cement Index on Stiffness, Strength, and Failure Envelopes of Artificially Cemented Fine-Grained Soils. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 29, n. 5, p. 04016277, 2017.

CONSOLI, N. C.; DALLA ROSA, A. Parameters Controlling Strength of Coal Fly Ash—Lime Improved Soil. [*s. l.*], p. 89–98, 2012.

CONSOLI, N. C.; DALLA ROSA, A. ; SALDANHA, R. B. Parameters Controlling Strength of Industrial Waste-Lime Amended Soil. **Soils and Foundations**, [*s. l.*], v. 51, n. 2, p. 265–273, 2011.

CONSOLI, N. C.; SAMANIEGO, R. A. Q.; MARQUES, S. F. V.; VENSON, G. I.; PASCHE, E.; VELÁSQUEZ, L. E. G. Single model establishing strength of dispersive clay treated with distinct binders. **Canadian Geotechnical Journal**, [*s. l.*], v. 53, n. 12, p. 2072–2079, 2016a.

CONSOLI, N. C.; SILVANO, L. W.; LOTERO, A.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; MONCALEANO, C. J.; CRISTELO, N. Key parameters establishing alkali activation effects on stabilized rammed earth. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 345, p. 128299, 2022a.

CONSOLI, N. C.; TOMASI, L. F.; VELOSO MARQUES, S. F. Cement-Enhancing Mechanical Behavior of Tailings Behind Upstream Tailings Dam for Safe Decommissioning. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 35, n. 5, p. 06023001, 2023.

CONSOLI, N. C.; VAZ FERREIRA, P. M.; TANG, C.-S.; VELOSO MARQUES, S. F.; FESTUGATO, L.; CORTE, M. B. A unique relationship determining strength of silty/clayey soils – Portland cement mixes. **Soils and Foundations**, [*s. l.*], v. 56, n. 6, p. 1082–1088, 2016b.

CONSOLI, N. C.; VOGT, J. C.; SILVA, J. P. S.; CHAVES, H. M.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; MOREIRA, E. B.; LOTERO, A. Behaviour of Compacted Filtered Iron Ore Tailings–Portland Cement Blends: New Brazilian Trend for Tailings Disposal by Stacking. **Applied Sciences**, [*s. l.*], v. 12, n. 2, p. 836, 2022b.

CONSOLI, N. C.; WINTER, D.; LEON, H. B.; SCHEUERMANN FILHO, H. C. Durability, Strength, and Stiffness of Green Stabilized Sand. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 144, n. 9, p. 04018057, 2018b.

COUSSY, S.; BENZAAZOUA, M.; BLANC, D.; MOSZKOWICZ, P.; BUSSIÈRE, B. Assessment of arsenic immobilization in synthetically prepared cemented paste backfill specimens. **Journal of Environmental Management**, [*s. l.*], v. 93, n. 1, p. 10–21, 2012.

CRYSTAL, C.; HORE, C.; EZAMA, I. **Filter-Pressed Dry Stacking : Design Considerations Based on Practical Experience** *Em*: 2018, [*s. l.*], . **Anais** [...]. [*S. l.: s. n.*], 2018. Disponível em: https://www.semanticscholar.org/paper/Filter-Pressed-Dry-Stacking-%3A-Design-Considerations-Crystal-Hore/0f2ebb3d3f1b5eeb59f19817da5ffeb825ae49de. Acesso em: 17 ago. 2023.

CUI, H.; CHENG, H.; HUANG, T.; YANG, F.; LAN, H.; LI, J. Effect of Different Activators on Properties of Slag-Gold Tailings-Red Mud Ternary Composite. **Sustainability**, [*s. l.*], v. 14, n. 20, p. 13573, 2022.

DA ROCHA, C. G.; PASSUELLO, A.; CONSOLI, N. C.; QUIÑÓNEZ SAMANIEGO, R. A.; KANAZAWA, N. M. Life cycle assessment for soil stabilization dosages: A study for the Paraguayan Chaco. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 139, p. 309–318, 2016.

DAI, X.; AYDIN, S.; YARDIMCI, M. Y.; REEKMANS, G.; ADRIAENSENS, P.; SCHUTTER, G. D. Early structural build-up behavior, setting mechanism, and nanostructure of alkali-activated GGBFS mixtures. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 107, n. 1, p. 576–592, 2024.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [*s. l.*], v. 37, p. 1633–1656, 1991.

DAVIDOVITS, J. **Method for obtaining a geopolymeric binder allowing to stabilize, solidify and consolidate toxic or waste materials, Method for obtaining a geopolymeric binder allowing to stabilize, solidify and consolidate toxic or waste materials**. United States Patent Office. Specification forming part of lettes patent No 5,349,118, [*s. l.*], 1994.

DAVIDOVITS, J. Synthesis of New High-Temperature Geo-Polymers for Reinforced Plastics/Composites. [*S. l.*], **Spe Pactec 79**, p. 151-154. 1979.

DAVIES, M. Filtered Dry Stacked Tailings - The Fundamentals. **Proceedings Tailings and Mine Waste 2011**, [*s. l.*], Vancouver, BC, http://hdl.handle.net/2429/37808, 2011.

DAVISON, I.; BATISTA GUIMARÃES TEIXEIRA, J.; DA GLÓRIA DA SILVA, M.; BARRETTO DA ROCHA NETO, M.; MARTINS VIEIRA MATOS, F. The Rio Itapicuru greenstone belt, Bahia, Brazil: Structure and stratigraphical outline. **Precambrian Research**, [*s. l.*], v. 42, n. 1–2, p. 1–17, 1988.

DE WEERDT, K.; HAHA, M. B.; LE SAOUT, G.; KJELLSEN, K. O.; JUSTNES, H.; LOTHENBACH, B. Hydration mechanisms of ternary Portland cements containing limestone powder and fly ash. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 41, n. 3, p. 279–291, 2011.

DEBOUCHA, W.; LEKLOU, N.; KHELIDJ, A.; OUDJIT, M. N. Hydration development of mineral additives blended cement using thermogravimetric analysis (TGA): Methodology of calculating the degree of hydration. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 146, p. 687–701, 2017.

DENG, C.-S.; BREEN, C.; YARWOOD, J.; HABESCH, S.; PHIPPS, J.; CRASTER, B.; MAITLAND, G. Ageing of oilfield cement at high humidity: a combined FEG-ESEM and Raman microscopic investigation. **Journal of Materials Chemistry**, [*s. l.*], v. 12, n. 10, p. 3105–3112, 2002.

DIAMBRA, A.; IBRAIM, E.; PECCIN, A.; CONSOLI, N. C.; FESTUGATO, L. Theoretical Derivation of Artificially Cemented Granular Soil Strength. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 143, n. 5, p. 04017003, 2017.

DIENSTMANN, G.; MAGHOUS, S.; SCHNAID, F. Theoretical Analysis and Finite-Element Simulation for Nonlinear Poroelastic Behavior of Cylinder Expansion in Infinite Media under Transient Pore-Fluid Flow Conditions. **International Journal of Geomechanics**, [*s. l.*], v. 17, n. 7, p. 04017001, 2017.

DJOMGOUE, P.; NJOPWOUO, D. FT-IR Spectroscopy Applied for Surface Clays Characterization. **Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology**, [*s. l.*], v. 3, n. 4, p. 275–282, 2013.

DNER - DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. DNER-ME 202/94: Solo-cimento - moldagem e cura de corpos-de-prova cilíndricos. [*s. l.*], p. 7, 1994a.

DNER - DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM. DNER-ME 203/94: Solo-cimento - determinação da durabilidade através da perda de massa por molhagem e secagem. [*s. l.*], p. 4, 1994b.

DNIT. **Pavimentação – Base de solo melhorado com cimento – Especificação de serviço - DNIT 142/2022-ES**, [*s. l.*], p. 14, 2022a.

DNIT. **Pavimentação – Sub-base de solo melhorado com cimento – Especificação de serviço -DNIT 140/2022-ES**, [*s. l.*], p. 12, 2022b.

DNIT. **Pavimentação – Base de solo-cimento – Especificação de serviço - DNIT 143/2022-ES**, [*s. l.*], p. 13, 2022c.

DRINČIĆ, A.; NIKOLIĆ, I.; ZULIANI, T.; MILAČIČ, R.; ŠČANČAR, J. Long-term environmental impacts of building composites containing waste materials: Evaluation of the leaching protocols. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 59, p. 340–349, 2017.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymer technology: the current state of the art. **Journal of Materials Science**, [*s. l.*], v. 42, n. 9, p. 2917–2933, 2007.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L. Designing Precursors for Geopolymer Cements. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 91, n. 12, p. 3864–3869, 2008.

EDWARDS, H. G. M.; VILLAR, S. E. J.; JEHLICKA, J.; MUNSHI, T. FT–Raman spectroscopic study of calcium-rich and magnesium-rich carbonate minerals. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, [*s. l.*], v. 61, n. 10, Georaman 2004: Sixth International Conference on Raman Spectroscopy Applied to the Earth and Planetary Sciences, p. 2273–2280, 2005.

ENGELS, J. Risk Reduction Actions for Substandard or Impaired Tailings Facilities. **Report of the European RTD project TAILSAFE,** [*s. l.*], p. 29, 2004.

ENNACIRI, Y.; BETTACH, M.; CHERRAT, A. Conversion of phosphogypsum to sodium sulfate and calcium carbonate in aqueous solution. **Journal of Materials and Environmental Science**, [*s. l.*], v. 7, p. 1925–1933, 2016.

EPA, E. P. A. Desing and evaluation of tailings dams. **Technical report, U.S. Environmental Protection Agency (EPA)**, [*s. l.*], p. 59, 1994.

EPA-ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Ground Water and Drinking Water: National Primary Drinking Water Regulations. [*s. l.*], 2022. Disponível em: https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulations#Inorganic.

EPA-ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. National Recommended Water Quality Criteria. [*s. l.*], 2004.

EUROSOILSTAB. Design guide: Soft soil stabilization. Development of design and construction methods to stabilize soft organic soils. [*s. l.*], 2010.

FANG, G.; ZHANG, M. Multiscale micromechanical analysis of alkali-activated fly ash-slag paste. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 135, p. 106141, 2020.

FARENZENA, H. P. **Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo**, Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil-UFRGS [*s. l.*], 2023.

FAWER, M.; CONCANNON, M.; RIEBER, W. Life cycle inventories for the production of sodium silicates. **The International Journal of Life Cycle Assessment**, [*s. l.*], v. 4, n. 4, p. 207–212, 1999.

FELDMAN, R. F. Diffusion measurements in cement paste by water replacement using Propan-2-OL. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 17, n. 4, p. 602–612, 1987.

FELDMAN, R. F.; BEAUDOIN, J. J. Pretreatment of hardened hydrated cement pastes for mercury intrusion measurements. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 21, n. 2, p. 297–308, 1991.

FELT, E. J. Factors Influencing Physical Properties of Soil-Cement Mixtures. **Highway Research Board Bulletin**, [*s. l.*], n. 108, 1955. Disponível em: https://trid.trb.org/View/121983. Acesso em: 15 jan. 2024.

FERNÁNDEZ-CARRASCO, L.; TORRENS-MARTÍN, D.; MORALES, L. M.; MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L.; TORRENS-MARTÍN, D.; MORALES, L. M.; MARTÍNEZ-RAMÍREZ, S. Infrared Spectroscopy in the Analysis of Building and Construction Materials. *Em*: **Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology**. [*S. l.*]: IntechOpen, 2012. Disponível em: https://www.intechopen.com/chapters/36184. Acesso em: 2 dez. 2025.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Characterisation of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements☆. **Fuel**, [*s. l.*], v. 82, n. 18, p. 2259–2265, 2003.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, J. G.; PUERTAS, F. Alkali-activated slag mortars: Mechanical strength behaviour. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 29, n. 8, p. 1313–1321, 1999.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F. Effect of activator mix on the hydration and strength behaviour of alkali-activated slag cements. **Advances in Cement Research**, [*s. l.*], v. 15, n. 3, p. 129–136, 2003.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F. Setting of alkali-activated slag cement. Influence of activator nature. **Advances in Cement Research**, [*s. l.*], v. 13, n. 3, p. 115–121, 2001.

FERRAZZO, S. T. **Resíduo de areia de fundição estabilizado com ligante álcali-ativado de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de casca de ovo: Desempenho mecânico, microestrutura, lixiviação e sustentabilidade**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS, [*s. l.*], 2023.

FERRAZZO, S. T.; ARAÚJO, M. T. de; BRUSCHI, G. J.; CHAVES, H. M.; KORF, E. P.; CONSOLI, N. C. Mechanical and environmental behavior of waste foundry sand stabilized with alkali-activated sugar cane bagasse ash-eggshell lime binder. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 383, p. 131313, 2023.

FERREIRA, M. J. **Obtenção de silicato de sódio por lixívia alcalina a partir da cinza da casca para uso como defloculante**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Santa Catarina - PPGEQ, [*s. l.*], 2013.

FRAGA, Y. S. B.; RÊGO, J. H. da S.; CAPUZZO, V. M. S.; ANDRADE, D. da S. Efeito da ultrasonicação da sílica ativa e da nanossílica coloidal em pastas de cimento. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [*s. l.*], v. 25, p. e, 2020.

FRANUS, W.; PANEK, R.; WDOWIN, M. SEM Investigation of Microstructures in Hydration Products of Portland Cement. *Em*: 2ND INTERNATIONAL MULTIDISCIPLINARY MICROSCOPY AND MICROANALYSIS CONGRESS, 2015, Cham. **Anais** [...]. Cham: Springer International Publishing, 2015. p. 105–112.

GABRIELLI, C.; JAOUHARI, R.; JOIRET, S.; MAURIN, G. In situ Raman spectroscopy applied to electrochemical scaling. Determination of the structure of vaterite. **Journal of Raman Spectroscopy**, [*s. l.*], v. 31, n. 6, p. 497–501, 2000.

GABROVŠEK, R.; VUK, T.; KAUČIČ, V. Evaluation of the Hydration of Portland Cement Containing Various Carbonates by Means of Thermal Analysis. **Acta Chimica Slovenica**, [*s. l.*], v. 53, 2006.

GARCÍA LODEIRO, I.; MACPHEE, D. E.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Effect of alkalis on fresh C–S–H gels. FTIR analysis. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 39, n. 3, p. 147–153, 2009.

GARCIA-LODEIRO, I.; DONATELLO, S.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, Á. Hydration of Hybrid Alkaline Cement Containing a Very Large Proportion of Fly Ash: A Descriptive Model. **Materials**, [*s. l.*], v. 9, n. 7, p. 605, 2016.

GARCÍA-LODEIRO, I.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; BLANCO, M. T.; PALOMO, A. FTIR study of the sol–gel synthesis of cementitious gels: C–S–H and N–A–S–H. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, [*s. l.*], v. 45, n. 1, p. 63–72, 2008.

GARCIA-LODEIRO, I.; FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A.; PALOMO, A. Cements with a low clinker content: versatile use of raw materials. **Journal of Sustainable Cement-Based Materials**, [*s. l.*], v. 4, n. 2, p. 140–151, 2015.

GARCÍA-LODEIRO, I.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; MACPHEE, D. E. Effect of Calcium Additions on N–A–S–H Cementitious Gels. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 93, n. 7, p. 1934–1940, 2010.

GARCÍA-LODEIRO, I.; MALTSEVA, O.; PALOMO, Á.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Hybrid alkaline cements. Part I: Fundamentals. **Revista Romana de Materiale/ Romanian Journal of Materials**, [*s. l.*], v. 42, n. 4, p. 330–335, 2012.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; MACPHEE, D. E. Compatibility studies between N-A-S-H and C-A-S-H gels. Study in the ternary diagram Na2O–CaO–Al2O3–SiO2–H2O. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 41, n. 9, p. 923–931, 2011.

GARG, N.; WANG, K.; MARTIN, S. W. A Raman spectroscopic study of the evolution of sulfates and hydroxides in cement–fly ash pastes. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 53, p. 91–103, 2013.

GLOTOV, V. E.; CHLACHULA, J.; GLOTOVA, L. P.; LITTLE, E. Causes and environmental impact of the gold-tailings dam failure at Karamken, the Russian Far East. **Engineering Geology**, [*s. l.*], v. 245, p. 236–247, 2018.

GLUKHOVSKY, V. D. **Soil Silicates**. Gosstroyizdat Publish, Kiev, [*s. l.*], 1959.

GLUKHOVSKY, V. D.; ROSTOVSKAJA, G.; RUMYNA, G. High Strength Slag-Alkaline Cements. **Proceedings of the 7th International Congress on the Chemistry of Cement**, [*s. l.*], 1980.

GOBBO, L. A. **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de Cimento Portland**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - USP, [*s. l.*], 2009.

GODINHO, J. P.; DE SOUZA JÚNIOR, T. F.; MEDEIROS, M. H. F.; SILVA, M. S. A. Factors influencing ultrasonic pulse velocity in concrete. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, [*s. l.*], v. 13, p. 222–247, 2020.

GOMES, R. B.; DE TOMI, G.; ASSIS, P. S. Iron ore tailings dry stacking in Pau Branco mine, Brazil. **Journal of Materials Research and Technology**, [*s. l.*], v. 5, n. 4, p. 339–344, 2016.

GOVINDARAJU, K. 1994 Compilation of Working Values and Sample Description for 383 Geostandards. **Geostandards Newsletter**, [*s. l.*], v. 18, n. S1, p. 1–158, 1994.

GOWAN, M.; LEE, M.; WILLIAMS, D. J.; JEWELL, R.; FOURIE, A. B. **Co-disposal techniques that may mitigate risks associated with storage and management of potentially acid generating wastes**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2010. Disponível em: https://papers.acg.uwa.edu.au/p/1008_33_Gowan/. Acesso em: 14 maio 2025.

GROSSO, A.; KASWALDER, F.; HAWKEY, A. Clay-bearing mine tailings analysis and implications in large filter press design. *Em*: 2021, [*s. l.*], . **Anais** [...]. [*S. l.: s. n.*], 2021. p. 107–118.

GUTIÉRREZ-ORREGO, D. A.; GÓMEZ-BOTERO, M. A.; GARCÍA-ARISTIZÁBAL, E. F. Soil improved with a hybrid alkali-activated cement from waste stone wool and OPC. **Case Studies in Construction Materials**, [*s. l.*], v. 21, p. e03532, 2024.

HAHN, J.; AJC, P.; FOURIE, A. B.; REID, D. **Tailings dewatering with increased filtration rates and lowest filter cake moisture for filtered tailings stacking**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2019. Disponível em: https://papers.acg.uwa.edu.au/p/1910_16_Hahn/. Acesso em: 17 ago. 2023.

HÄKKINEN, T. The influence of slag content on the microstructure, permeability and mechanical properties of concrete Part 1 Microstructural studies and basic mechanical properties. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 23, n. 2, p. 407–421, 1993.

HAMEL, J. V.; GUNDERSON, J. W. Shear Strength of Homestake Slimes Tailing. **Journal of Soil Mechanics & Foundations Div**, [*s. l.*], v. 99, n. sm5, 1973. Disponível em: https://trid.trb.org/view/126039. Acesso em: 16 jun. 2023.

HEAD, K. H. **Manual of Soil Laboratory Testing**. Volume 1: Soil Classification and Compaction Tests. [*s. l.*], n. 3th, 2006.

HEITZMANN, R. F.; FITZGERALD, M.; SAWYER, J. **Mineral binder and compositions employing the same**. United States Patent Office. Specification forming part of lettes patent No 4,642,137, [*s. l.*], 1987.

HILLER, E.; LALINSKÁ, B.; CHOVAN, M.; JURKOVIČ, Ľ.; KLIMKO, T.; JANKULÁR, M.; HOVORIČ, R.; ŠOTTNÍK, P.; FĽAKOVÁ, R.; ŽENIŠOVÁ, Z.; ONDREJKOVÁ, I. Arsenic and antimony contamination of waters, stream sediments and soils in the vicinity of

abandoned antimony mines in the Western Carpathians, Slovakia. **Applied Geochemistry**, [*s. l.*], v. 27, n. 3, p. 598–614, 2012.

HOCH, B. Z. **Comportamento Geomecânico de Rejeito de Mineração de Ouro Submetido a uma Ampla Faixa de Tensões de Confinamento sob Carregamento Monotônico e Cíclico**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS [*s. l.*], 2022.

HORGNIES, M.; CHEN, J.; BOUILLON, C. Overview of the use of Fourier Transformed Infrared Spectroscopy to study cementitious materials. **WIT Transactions on Engineering Sciences**. v.77. [*S. l.*], p. 251-262. 2013.

IAKOVLEVA, E.; MAYDANNIK, P.; IVANOVA, T. V.; SILLANPÄÄ, M.; TANG, W. Z.; MÄKILÄ, E.; SALONEN, J.; GUBAL, A.; GANEEV, A. A.; KAMWILAISAK, K.; WANG, S. Modified and unmodified low-cost iron-containing solid wastes as adsorbents for efficient removal of As(III) and As(V) from mine water. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 133, p. 1095–1104, 2016.

ICSD. **Inorganic Crystal Structure Database**. [*s. l.*], 2023. Disponível em: https://icsd.fiz-karlsruhe.de/. Acesso em: 26 out. 2023.

INCI, Y. S.; URKMEZ, H.; ENNIS, S.; KIMBALL, P.; RUIZ CASTRO, E. Application of filtered tailings storage method at Tüprag Efemçukuru Gold Mine. **Paste 2023: 25th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings**, [*s. l.*], p. 354–371, 2023.

INGLES, O. G.; METCALF, J. B. **Soil Stabilization Principles and Practice**. [*s. l.*], v. 11, 1972. Disponível em: https://trid.trb.org/View/137528. Acesso em: 15 jan. 2024.

ISMAIL, I.; BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; SAN NICOLAS, R.; HAMDAN, S.; VAN DEVENTER, J. S. J. Modification of phase evolution in alkali-activated blast furnace slag by the incorporation of fly ash. **Cement and Concrete Composites**, [*s. l.*], v. 45, p. 125–135, 2014.

IVAN DIAZ-LOYA, E.; ALLOUCHE, E. N.; EKLUND, S.; JOSHI, A. R.; KUPWADE-PATIL, K. Toxicity mitigation and solidification of municipal solid waste incinerator fly ash using alkaline activated coal ash. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 32, n. 8, p. 1521–1527, 2012.

IZQUIERDO, M.; QUEROL, X. Leaching behaviour of elements from coal combustion fly ash: An overview. **International Journal of Coal Geology**, [*s. l.*], v. 94, Minerals and Trace Elements in Coal, p. 54–66, 2012.

IZQUIERDO, M.; QUEROL, X.; DAVIDOVITS, J.; ANTENUCCI, D.; NUGTEREN, H.; FERNÁNDEZ-PEREIRA, C. Coal fly ash-slag-based geopolymers: Microstructure and metal leaching. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 166, n. 1, p. 561–566, 2009.

JAE-JUNTA AUTONOMA DE ESTRADAS. **Manual de Concepção e Pavimentos para a Rede Rodoviária Nacional**. [*s. l.*], Lisboa: p. 56, 1995.

JENNINGS, H. M. A model for the microstructure of calcium silicate hydrate in cement paste. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 30, n. 1, p. 101–116, 2000.

JEWELL, R. J.; FOURIE, A. B. **Paste and Thickened Tailings - a Guide Third Edition**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2015. 2015.

JOSEPH, S.; MUTTI, M.; OHKUBO, T.; MARUYAMA, I.; CIZER, Ö. Microstructural analysis of cement paste blended with blast furnace slag using 1H NMR relaxometry. **Cement and Concrete Composites**, [*s. l.*], v. 146, p. 105377, 2024.

KE, X.; BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L. Layered double hydroxides modify the reaction of sodium silicate-activated slag cements. **Green Materials**, [*s. l.*], v. 7, n. 2, p. 52–60, 2018.

KHATER, H. M. Effect of Calcium on Geopolymerization of Aluminosilicate Wastes. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 24, n. 1, p. 92–101, 2012.

KIRKPATRICK, R. J.; YARGER, J. L.; MCMILLAN, P. F.; PING, Y.; CONG, X. Raman spectroscopy of C-S-H, tobermorite, and jennite. **Advanced Cement Based Materials**, [*s. l.*], v. 5, n. 3, p. 93–99, 1997.

KISHIDA, A.; RICCIO, L. Chemostratigraphy of lava sequences from the Rio Itapicuru Greenstone Belt, Bahia State, Brazil. **Precambrian Research**, [*s. l.*], v. 11, n. 2, p. 161–178, 1980.

KIVENTERÄ, J.; GOLEK, L.; YLINIEMI, J.; FERREIRA, V.; DEJA, J.; ILLIKAINEN, M. Utilization of sulphidic tailings from gold mine as a raw material in geopolymerization. **International Journal of Mineral Processing**, [*s. l.*], v. 149, p. 104–110, 2016.

KIVENTERÄ, J.; LANCELLOTTI, I.; CATAURO, M.; POGGETTO, F. D.; LEONELLI, C.; ILLIKAINEN, M. Alkali activation as new option for gold mine tailings inertization. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 187, p. 76–84, 2018a.

KIVENTERÄ, J.; PIEKKARI, K.; ISTERI, V.; OHENOJA, K.; TANSKANEN, P.; ILLIKAINEN, M. Solidification/stabilization of gold mine tailings using calcium sulfoaluminate-belite cement. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 239, p. 118008, 2019.

KIVENTERÄ, J.; SREENIVASAN, H.; CHEESEMAN, C.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. Immobilization of sulfates and heavy metals in gold mine tailings by sodium silicate and hydrated lime. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, [*s. l.*], v. 6, n. 5, p. 6530–6536, 2018b.

KLAHOLD, P. A. **Interpretação de ensaios de campo em solos com permeabilidade intermediária**. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS. [*s. l.*], 2013.

KOMONWEERAKET, K.; CETIN, B.; AYDILEK, A. H.; BENSON, C. H.; EDIL, T. B. Effects of pH on the leaching mechanisms of elements from fly ash mixed soils. **Fuel**, [*s. l.*], v. 140, p. 788–802, 2015a.

KOMONWEERAKET, K.; CETIN, B.; BENSON, C. H.; AYDILEK, A. H.; EDIL, T. B. Leaching characteristics of toxic constituents from coal fly ash mixed soils under the influence of pH. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 38, p. 174–184, 2015b.

KONECNY, L.; NAQVI, S. J. The effect of different drying techniques on the pore size distribution of blended cement mortars. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 23, n. 5, p. 1223–1228, 1993.

KOURTI, I.; AMUTHA RANI, D.; BOCCACCINI, A. R.; CHEESEMAN, C. R. Geopolymers from DC Plasma–Treated Air Pollution Control Residues, Metakaolin, and Granulated Blast Furnace Slag. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 23, n. 6, p. 735–740, 2011.

KRIVENKO, C. S., Della Roy, Pavel. **Alkali-Activated Cements and Concretes**. London: CRC Press, 2014. 2014.

KRYVENKO, P. Why Alkaline Activation – 60 Years of the Theory and Practice of Alkali-Activated Materials. **Journal of Ceramic Science and Technology**, [*s. l.*], v. 8, p. 323–334, 2017.

KÜHL, H. **Slag Cement and Process of Making the Same**. United States Patent Office. Specification forming part of lettes patent No 900,939. Serial No. 381,960., [*s. l.*], 1908.

KUMARATHASAN, P.; MCCARTHY, G. J.; HASSETT, D. J.; PFLUGHOEFT-HASSETT, D. F. Oxyanion Substituted Ettringites: Synthesis and Characterization; and their Potential Role In Immobilization of As, B, Cr, Se and V. **MRS Online Proceedings Library**, [*s. l.*], v. 178, n. 1, p. 83–104, 1989.

KUNTHER, W.; LOTHENBACH, B.; SKIBSTED, J. Influence of the Ca/Si ratio of the C–S–H phase on the interaction with sulfate ions and its impact on the ettringite crystallization pressure. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 69, p. 37–49, 2015.

LADD, R. S. Preparing test specimens using undercompaction. **Geotechnical Testing Journal**, [*s. l.*], v. 1, p. 16–23, 1978.

LAMBE, T. W.; WHITMAN, R. V. **Soil Mechanics**. [*S. l.*]: John Wiley & Sons, 1991. 1991.

LARA, J. L.; LEÓN, E.; JEWELL, R.; FOURIE, A. B. **Design and operational experience of the Cerro Lindo filtered tailings deposit**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2011. Disponível em: https://papers.acg.uwa.edu.au/p/1104_03_Lara/. Acesso em: 17 ago. 2023.

LEE, W. C.; KIM, S.-O.; RANVILLE, J.; YUN, S.-T.; CHOI, S. H. Sequestration of arsenate from aqueous solution using 2-line ferrihydrite: equilibria, kinetics, and X-ray absorption spectroscopic analysis. **Environmental Earth Sciences**, [*s. l.*], v. 71, n. 8, p. 3307–3318, 2014.

LEMOS, S. G. F. P.; ALMEIDA, M. de S. S.; CONSOLI, N. C.; NASCIMENTO, T. Z.; POLIDO, U. F. Field and Laboratory Investigation of Highly Organic Clay Stabilized with Portland Cement. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 32, n. 4, p. 04020063, 2020.

LEON, H. B.; DA SILVA CARRETTA, M.; AZEVEDO, M. B.; CONTI, M.; CONSOLI, N. C. Statistical Analysis of the Influence of Curing Time and Temperature on Compressive

Strength of Sandy Soil Stabilized with Sustainable Binder. **Journal of Testing and Evaluation**, [*s. l.*], v. 48, n. 3, p. 2441–2458, 2020.

LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; CONSOLI, N. C.; KORF, E. P. Mechanical and microstructural properties of iron mining tailings stabilized with alkali-activated binder produced from agro-industrial wastes. **Scientific Reports**, [*s. l.*], v. 13, n. 1, p. 15754, 2023.

L'HÔPITAL, E.; LOTHENBACH, B.; KULIK, D. A.; SCRIVENER, K. Influence of calcium to silica ratio on aluminium uptake in calcium silicate hydrate. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 85, p. 111–121, 2016.

LI, W. **The Mechanical Behaviour of Tailings**. City University of Hong Kong (PhD Thesis), [*s. l.*], 2017.

LI, W.; COOP, M. R.; SENETAKIS, K.; SCHNAID, F. The mechanics of a silt-sized gold tailing. **Engineering Geology**, [*s. l.*], v. 241, p. 97–108, 2018.

LIU, M.; GAO, S.; LI, K.; KONG, Q.; ZHANG, R. Experimental study of Portland cement concrete performance at moderately-elevated temperature. **International Journal of Advanced Nuclear Reactor Design and Technology**, [*s. l.*], v. 6, n. 3, p. 197–203, 2024.

LIU, D.-G.; MIN, X.-B.; KE, Y.; CHAI, L.-Y.; LIANG, Y.; LI, Y.-C.; YAO, L.-W.; WANG, Z.-B. Co-treatment of flotation waste, neutralization sludge, and arsenic-containing gypsum sludge from copper smelting: solidification/stabilization of arsenic and heavy metals with minimal cement clinker. **Environmental Science and Pollution Research**, [*s. l.*], v. 25, n. 8, p. 7600–7607, 2018.

LOTERO, A. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de cerâmica vermelha e cal de carbureto.** Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS, [*s. l.*], 2020.

LOTERO, A.; CONSOLI, N. C.; MONCALEANO, C. J.; NETO, A. T.; KOESTER, E. Mechanical Properties of Alkali-Activated Ground Waste Glass–Carbide Lime Blends for Geotechnical Uses. **Journal of Materials in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 33, n. 10, p. 04021284, 2021.

LOTERO, A.; MONCALEANO, C. J.; CONSOLI, N. C. Alkali-activated red ceramic wastes-carbide lime blend: An alternative alkaline cement manufactured at room temperature. **Journal of Building Engineering**, [*s. l.*], v. 65, p. 105663, 2023.

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D. Supplementary cementitious materials. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 41, n. 12, Conferences Special: Cement Hydration Kinetics and Modeling, Quebec City, 2009 & CONMOD10, Lausanne, 2010, p. 1244–1256, 2011.

LOTTERMOSER, B. **Mine Wastes**. Berlin, Heidelberg: Springer, 2010. 2010. Disponível em: http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-12419-8. Acesso em: 21 jun. 2023.

LPSDP. **A Guide to Leading Practice Sustainable Development in Mining**. Australian Government, [*s. l.*], p. 204, 2011.

LUGA, E.; MUSTAFARAJ, E.; CORRADI, M.; ATIŞ, C. D. Alkali-Activated Binders as Sustainable Alternatives to Portland Cement and Their Resistance to Saline Water. **Materials**, [*s. l.*], v. 17, n. 17, p. 4408, 2024.

LUO, Y.; BROUWERS, H. J. H.; YU, Q. Understanding the gel compatibility and thermal behavior of alkali activated Class F fly ash/ladle slag: The underlying role of Ca availability. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 170, p. 107198, 2023.

LUUKKONEN, T.; ABDOLLAHNEJAD, Z.; YLINIEMI, J.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. One-part alkali-activated materials: A review. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 103, p. 21–34, 2018.

MABOETA, M. S.; OLADIPO, O. G.; BOTHA, S. M. Ecotoxicity of Mine Tailings: Unrehabilitated Versus Rehabilitated. **Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology**, [*s. l.*], v. 100, n. 5, p. 702–707, 2018.

MANGAT, P. S.; KHATIB, J. M. Influence of Fly Ash, Silica Fume, and Slag on Sulfate Resistance of Concrete. **Materials Journal**, [*s. l.*], v. 92, n. 5, p. 542–552, 1993.

MANGAT, P.; LAMBERT, P. 18 - Sustainability of alkali-activated cementitious materials and geopolymers. *Em*: KHATIB, Jamal M. (org.). **Sustainability of Construction Materials (Second Edition)**. [*S. l.*]: Woodhead Publishing, 2016. (Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering). p. 459–476. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081003701000184. Acesso em: 10 jan. 2024.

MARSDEN, J.; HOUSE, I. **The Chemistry of Gold Extraction**. [*s. l.*], p. 490–493, 2006.

MASHIFANA, T.; SEBOTHOMA, J.; SITHOLE, T. Alkaline Activation of Basic Oxygen Furnace Slag Modified Gold Mine Tailings for Building Material. **Advances in Civil Engineering**, [*s. l.*], v. 2021, n. 1, p. 9984494, 2021.

MASOUMI, S.; EBRAHIMI, D.; VALIPOUR, H.; ABDOLHOSSEINI QOMI, M. J. Nanolayered attributes of calcium-silicate-hydrate gels. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 103, n. 1, p. 541–557, 2020.

MCCASLIN, E. R.; WHITE, C. E. A parametric study of accelerated carbonation in alkali-activated slag. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 145, p. 106454, 2021.

MCLEOD, H. N. History of tailings dam design, innovation, and practice changes required in the wake of the Mount Polley mine tailings breach. **In: GeoVancouver, History and Innovation, 69th Canadian Geotechnical Conference**, [*s. l.*], 2016.

MCLEOD, H.; BJELKEVIK, A. Tailings dam design: Technology update (ICOLD Bulletin). **Proceedings of the 85th Annual Meeting of International Commission on Large Dams**, [*s. l.*], 2017.

MCPHAIL, G.; NOBLE, A.; PAPAGEORGIOU, G.; WILKINSON, D. Development and Implementation of Thickened Tailings Discharge at Osborne Mine, Queensland, Australia. [*s. l.*], 2004.

MELO NETO, A. A.; CINCOTTO, M. A.; REPETTE, W. Drying and autogenous shrinkage of pastes and mortars with activated slag cement. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 38, n. 4, p. 565–574, 2008.

MESA ESPITIA, S. L.; LAPIDUS, G. T. Pretreatment of a refractory arsenopyritic gold ore using hydroxyl ion. **Hydrometallurgy**, [*s. l.*], v. 153, p. 106–113, 2015.

MIRANDA JR, E. J. P. **Propriedades Físico-Mecânicas do Concreto de Cimento Portland Contendo Resíduo Vítreo Como Agregado Miúdo**. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais - IFMA. [*s. l.*], 2012.

MITCHELL, J. K. Soil Improvement – State-of-the-Art. **Report. Session 12, International Society for Soil Mechanics and Geotechnical Engineering**, [*s. l.*], p. 509–565, 1981.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. **Applied statistics and probability for engineers**. 7. ed. [*S. l.*]: John Wiley & Sons, 2018. 2018.

MORGENSTERN, N. R.; VICK, S. G.; VIOTTI, C.; WATTS, B. **Relatório sobre as Causas Imediatas da Ruptura da Barragem de Fundão**. [*s. l.*], 2016. Disponível em: https://www.fundacaorenova.org/wp-content/uploads/2017/10/relatorio-sobre-as-causas-imediatas-da-ruptura-da-barragem-de-fundao.pdf. Acesso em: 14 ago. 2023.

MYERS, R. J.; L'HÔPITAL, E.; PROVIS, J. L.; LOTHENBACH, B. Effect of temperature and aluminium on calcium (alumino)silicate hydrate chemistry under equilibrium conditions. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 68, p. 83–93, 2015.

MYNENI, S. C. B.; TRAINA, S. J.; LOGAN, T. J.; WAYCHUNAS, G. A. Oxyanion Behavior in Alkaline Environments: Sorption and Desorption of Arsenate in Ettringite. **Environmental Science & Technology**, [*s. l.*], v. 31, n. 6, p. 1761–1768, 1997.

NASIR, M.; MAHMOOD, A. H.; BAHRAQ, A. A. History, recent progress, and future challenges of alkali-activated binders – An overview. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 426, p. 136141, 2024.

NEHDI, M.; TARIQ, A. Stabilization of sulphidic mine tailings for prevention of metal release and acid drainage using cementitious materials: a review. **Journal of Environmental Engineering and Science**, [*s. l.*], v. 6, n. 4, p. 423–436, 2007.

NEMATOLLAHI, B.; SANJAYAN, J.; SHAIKH, F. U. A. Synthesis of heat and ambient cured one-part geopolymer mixes with different grades of sodium silicate. **Ceramics International**, [*s. l.*], v. 41, n. 4, p. 5696–5704, 2015.

NEN - ROYAL NETHERLANDS STANDARIZATION INSTITUTE. NEN 7375: Leaching characteristics - Determination of the leaching of inorganic components from moulded or monolitic materials with a diffusion test - Solid earthy and stony materials. [*s. l.*], p. 39, 2004.

NETINGER GRUBEŠA, I.; BARIŠIĆ, I.; FUCIC, A.; BANSODE, S. S. 4 - Application of blast furnace slag in civil engineering: Worldwide studies. *Em*: NETINGER GRUBEŠA, Ivanka; BARIŠIĆ, Ivana; FUCIC, Aleksandra; BANSODE, Samitinjay S. (org.). **Characteristics and Uses of Steel Slag in Building Construction**. [*S. l.*]: Woodhead Publishing, 2016. p. 51–66. Disponível em:

https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B978008100368800004X. Acesso em: 10 jan. 2024.

NIERWINSKI, H. P. **Caracterização e Comportamento Geomecânico de Rejeitos de Mineração**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS. [*s. l.*], 2019.

NIKOLIĆ, V.; KOMLJENOVIĆ, M.; MARJANOVIĆ, N.; BAŠČAREVIĆ, Z.; PETROVIĆ, R. Lead immobilization by geopolymers based on mechanically activated fly ash. **Ceramics International**, [*s. l.*], v. 40, n. 6, p. 8479–8488, 2014.

NUNES LOPES, C. de M.; MENDES, V. F.; GARCIA, D. R.; MENDES, J. C. Residues in cement-based composites: Occurrence mapping in Brazil. **Case Studies in Construction Materials**, [*s. l.*], v. 18, p. e01763, 2023.

NUNEZ, V. F. **Estudo laboratorial de um solo argiloso orgânico estabilizado em massa utilizando um ligante ternário**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande (UFRGS), [*s. l.*], p. 177, 2022.

NÚÑEZ, V.; LOTERO, A.; BASTOS, C. A.; CONSOLI, N. C. Controlling of the Mechanical Behavior of Mass-Stabilized Organic Clay with Various Binders. **Geotechnical and Geological Engineering**, [*s. l.*], v. 43, n. 1, p. 54, 2024a.

NÚÑEZ, V.; LOTERO, A.; BASTOS, C. A.; SARGENT, P.; CONSOLI, N. C. Mechanical and microstructure analysis of mass-stabilized organic clay thermally cured using a ternary binder. **Acta Geotechnica**, [*s. l.*], v. 19, n. 2, p. 741–762, 2024b.

OLIVEIRA, J. **Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro álcali-aivado com escória de alto forno.** Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil-UFRGS, [*s. l.*], 2022.

ÖZBAY, E.; ERDEMIR, M.; DURMUŞ, H. İ. Utilization and efficiency of ground granulated blast furnace slag on concrete properties – A review. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 105, p. 423–434, 2016.

PACHECO-TORGAL, F.; ABDOLLAHNEJAD, Z.; CAMÕES, A. F.; JAMSHIDI, M.; DING, Y. Durability of alkali-activated binders: A clear advantage over Portland cement or an unproven issue?. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 30, p. 400–405, 2012.

PANIAS, D.; GIANNOPOULOU, I. P.; PERRAKI, T. Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [*s. l.*], v. 301, n. 1, p. 246–254, 2007.

PARK, S.; ABATE, S. Y.; LEE, H. K.; KIM, H.-K. On the quantification of degrees of reaction and hydration of sodium silicate-activated slag cements. **Materials and Structures**, [*s. l.*], v. 53, n. 3, p. 65, 2020.

PARK, I.; TABELIN, C. B.; JEON, S.; LI, X.; SENO, K.; ITO, M.; HIROYOSHI, N. A review of recent strategies for acid mine drainage prevention and mine tailings recycling. **Chemosphere**, [*s. l.*], v. 219, p. 588–606, 2019.

PCA, P. C. A. **Soil-cement Construction Handbook**. [*S. l.*]: Portland Cement Association, 1995. 1995.

PEREIRA DOS SANTOS. **Estabilização de um rejeito de mineração de ouro por meio da álcali-ativação de cal de carbureto e cinza do bagaço de cana-de-açúcar**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS, [*s. l.*], 2021.

PEREIRA DOS SANTOS, C.; BRUSCHI, G. J.; MATTOS, J. R. G.; CONSOLI, N. C. Stabilization of gold mining tailings with alkali-activated carbide lime and sugarcane bagasse ash. **Transportation Geotechnics**, [*s. l.*], v. 32, p. 100704, 2022.

POMPERMAIER, C. L.; FERRAZZO, S. T.; LEVANDOSKI, W. M. K.; BRUSCHI, G. J.; PRIETTO, P. D. M.; KORF, E. P. Stabilization of waste foundry sand with alkali-activated binder: Mechanical behavior, microstructure and leaching. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 444, p. 137772, 2024.

POURBAIX, M. Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions. *Em*: 1974, [*s. l.*], . **Anais** [...]. [*S. l.*]: National Association of Corrosion Engineers2400 West Loop South, Houston, Texas 77027, 1974. Disponível em: https://content.ampp.org/books/book/1226/Atlas-of-Electrochemical-Equilibria-in-Aqueous. Acesso em: 24 fev. 2026.

PRASAD, P. S. R.; SHIVA PRASAD, K.; KRISHNA CHAITANYA, V.; BABU, E. V. S. S. K.; SREEDHAR, B.; RAMANA MURTHY, S. In situ FTIR study on the dehydration of natural goethite. **Journal of Asian Earth Sciences**, [*s. l.*], v. 27, n. 4, p. 503–511, 2006.

PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 114, Report of UNEP SBCI Working Group on Low-Co2 Eco-Efficient Cement-Based Materials, p. 40–48, 2018.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. (org.). **Alkali Activated Materials: State-of-the-Art Report, RILEM TC 224-AAM**. Dordrecht: Springer Netherlands, 2014. 2014.(RILEM State-of-the-Art Reports). v. 13. Disponível em: https://link.springer.com/10.1007/978-94-007-7672-2. Acesso em: 24 maio 2024.

PUERTAS, F.; PALACIOS, M.; MANZANO, H.; DOLADO, J. S.; RICO, A.; RODRÍGUEZ, J. A model for the C-A-S-H gel formed in alkali-activated slag cements. **Journal of the European Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 31, n. 12, p. 2043–2056, 2011.

PURDON, A. O. The action of alkalis on blast-furnace slag. **Journal of the Society of Chemical Industry-Transactions and Communications**, [*s. l.*], v. 59, p. 191–202, 1940.

QIN, H.; GUO, X.; TIAN, Q.; ZHANG, L. Pyrite enhanced chlorination roasting and its efficacy in gold and silver recovery from gold tailing. **Separation and Purification Technology**, [*s. l.*], v. 250, p. 117168, 2020.

RADA, R.; MANEA, D. L.; NOWAKOWSKI, A.; RADA, S. Nanocomposites Derived from Construction and Demolition Waste for Cement: X-ray Diffraction, Spectroscopic and Mechanical Investigations. **Nanomaterials**, [*s. l.*], v. 14, n. 10, p. 890, 2024.

RAZO, I.; CARRIZALES, L.; CASTRO, J.; DÍAZ-BARRIGA, F.; MONROY, M. Arsenic and Heavy Metal Pollution of Soil, Water and Sediments in a Semi-Arid Climate Mining Area in Mexico. **Water, Air, and Soil Pollution**, [*s. l.*], v. 152, n. 1, p. 129–152, 2004.

REES, C. A. **Mechanisms and kinetics of gel formation in geopolymers**. Tese (PhD), Faculty of Engineering, Chemical and Biomolecular Engineering, The University of Melbourne, [*s. l.*], 2007.

REIG, L.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J. Influence of calcium aluminate cement (CAC) on alkaline activation of red clay brick waste (RCBW). **Cement and Concrete Composites**, [*s. l.*], v. 65, p. 177–185, 2016.

REINHARDT, M. C.; DAVISON, I. Controle Litoestrutural dos Corpos Auríferos da Mina Fazenda Brasileiro, BAHIA, BRASIL. **Revista Brasileira de Geociências**, [*s. l.*], v. 19, n. 2, p. 121–131, 2017.

RICCIOTTI, L.; OCCHICONE, A.; PETRILLO, A.; FERONE, C.; CIOFFI, R.; ROVIELLO, G. Geopolymer-based hybrid foams: Lightweight materials from a sustainable production process. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 250, p. 119588, 2020.

RICO, M.; BENITO, G.; DÍEZ-HERRERO, A. Floods from tailings dam failures. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 154, n. 1, p. 79–87, 2008.

RITCEY, G. M. Tailings management in gold plants. **Hydrometallurgy**, [*s. l.*], v. 78, n. 1, Special Issue To Honour Mike Slater, p. 3–20, 2005.

RITCHIE, V. J.; ILGEN, A. G.; MUELLER, S. H.; TRAINOR, T. P.; GOLDFARB, R. J. Mobility and chemical fate of antimony and arsenic in historic mining environments of the Kantishna Hills district, Denali National Park and Preserve, Alaska. **Chemical Geology**, [*s. l.*], v. 335, p. 172–188, 2013.

ROBAYO, R. A.; MULFORD, A.; MUNERA, J.; MEJÍA DE GUTIÉRREZ, R. Alternative cements based on alkali-activated red clay brick waste. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 128, p. 163–169, 2016.

ROBAYO-SALAZAR, R.; MEJÍA-ARCILA, J.; MEJÍA DE GUTIÉRREZ, R.; MARTÍNEZ, E. Life cycle assessment (LCA) of an alkali-activated binary concrete based on natural volcanic pozzolan: A comparative analysis to OPC concrete. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 176, p. 103–111, 2018.

ROBERTSON, P.; WILLIAMS, D.; WARD WILSON, G.; DE MELO, L. **Report of the Expert Panel on the Technical Causes of the Failure of Feijão Dam I Expert Panel**. [*s. l.*], 2019. Disponível em: https://bdrb1investigationstacc.z15.web.core.windows.net/assets/Feijao-Dam-I-Expert-Panel-Report-ENG.pdf. Acesso em: 18 ago. 2023.

ROLLINGS, R. S.; BURKES, J. P.; ROLLINGS, M. P. Sulfate Attack on Cement-Stabilized Sand. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 125, n. 5, p. 364–372, 1999.

ROVNANÍK, P.; BAYER, P.; ROVNANÍKOVÁ, P. Characterization of alkali activated slag paste after exposure to high temperatures. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 47, p. 1479–1487, 2013.

SABEUR, H.; SAILLIO, M.; VINCENT, J. Thermal stability and microstructural changes in 5 years aged cement paste subjected to high temperature plateaus up to 1000 °C as studied by thermal analysis and X-ray diffraction. **Heat and Mass Transfer**, [*s. l.*], v. 55, n. 9, p. 2483–2501, 2019.

SAKULICH, A. R.; MILLER, S.; BARSOUM, M. W. Chemical and Microstructural Characterization of 20-Month-Old Alkali-Activated Slag Cements. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 93, n. 6, p. 1741–1748, 2010.

SANTAMARINA, J.; TORRES-CRUZ, L. A.; BACHUS, R. Why coal ash and tailings dam disasters occur. **Science**, [*s. l.*], v. 364, p. 526–528, 2019.

SANTOS, V. H. J. M. dos; PONTIN, D.; PONZI, G. G. D.; STEPANHA, A. S. de G. e; MARTEL, R. B.; SCHÜTZ, M. K.; EINLOFT, S. M. O.; DALLA VECCHIA, F. Application of Fourier Transform infrared spectroscopy (FTIR) coupled with multivariate regression for calcium carbonate (CaCO3) quantification in cement. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 313, p. 125413, 2021.

SANTOS, T.; SILVA, G.; RIBEIRO, D. Mineralogical Analysis of Portland Cement Pastes Rehydrated. **The Journal of Solid Waste Technology and Management**, [*s. l.*], v. 46, p. 15–23, 2020.

SCHNAID, F.; BEDIN, J.; VIANA DA FONSECA, A. J. P.; DE MOURA COSTA FILHO, L. Stiffness and Strength Governing the Static Liquefaction of Tailings. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, [*s. l.*], v. 139, n. 12, p. 2136–2144, 2013.

SCHNAID, F.; ODEBRECHT, E.; SOSNOSKI, J.; ROBERTSON, P. The effects of test procedure on DMT results in intermediate soils. **Canadian Geotechnical Journal**, [*s. l.*], v. 53, 2016.

SCHWARZ, W.; LERAT, A. **Tectoaluminosilicate cement and a process for its manufacture**. United States Patent Office. Specification forming part of lettes patent No 5,372,640, [*s. l.*], 1994.

SCRIVENER, K.; SNELLINGS, R.; LOTHENBACH, B. **A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials**. [*S. l.*]: Taylor & Francis, 2016. 2016.

SEO, J.; PARK, S.; YOON, H. N.; JANG, J. G.; KIM, S. H.; LEE, H. K. Utilization of Calcium Carbide Residue Using Granulated Blast Furnace Slag. **Materials**, [*s. l.*], v. 12, n. 21, p. 3511, 2019.

SHI, C.; DAY, R. L. Alkali-Slag Cements For the Immobilization Of Radioactive Wastes. *Em*: STABILIZATION AND SOLIDIFICATION OF HAZARDOUS, RADIOACTIVE, AND MIXED WASTES: 3RD VOLUME, 1996, [*s. l.*], . **Anais** [...]. [*S. l.*]: ASTM International, 1996. p. 163–173. Disponível em: https://store.astm.org/stp14111s.html. Acesso em: 14 maio 2025.

SHI, C.; QIAN, J. High performance cementing materials from industrial slags — a review. **Resources, Conservation and Recycling**, [*s. l.*], v. 29, n. 3, p. 195–207, 2000.

SHI, C.; ROY, D.; KRIVENKO, P. **Alkali-Activated Cements and Concretes**. [*S. l.*]: CRC Press, 2006. 2006.

SHIPTON, B.; COOP, M. R. Transitional behaviour in sands with plastic and non-plastic fines. **Soils and Foundations**, [*s. l.*], v. 55, n. 1, p. 1–16, 2015.

SHU, W. S.; YE, Z. H.; LAN, C. Y.; ZHANG, Z. Q.; WONG, M. H. Acidification of lead/zinc mine tailings and its effect on heavy metal mobility. **Environment International**, [*s. l.*], v. 26, n. 5–6, p. 389–394, 2001.

SILVA, J. P. P. **Mecanismo de ação do silicato de sódio como depressor em flotação**. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Pernambuco. PPGEM, [*s. l.*], 2011.

SILVA, A. P.; VIANA, J. P.; CAVALCANTE, A. L. **Relatório de Pesquisa IPEA: Diagnóstico dos Resíduos Sólidos da Atividade de Mineração de Substâncias Não Energéticas**. , 2012.

SINGH KASHYAP, V.; AGRAWAL, U.; ARORA, K.; SANCHETI, G. FTIR Analysis of Nanomodified Cement Concrete Incorporating Nano Silica and Waste Marble Dust. **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, [*s. l.*], v. 796, n. 1, p. 012022, 2021.

SODERBERG, R. L.; BUSCH, R. A. **Design guide for metal and nonmetal tailings disposal. Information circular**. [*S. l.*]: Bureau of Mines, Spokane, Wash. (USA). Spokane Mining Research Center, 1977. Disponível em: https://www.osti.gov/biblio/7176683. Acesso em: 16 jun. 2023.

SOLISMAA, S.; ISMAILOV, A.; KARHU, M.; SREENIVASAN, H.; LEHTONEN, M.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M.; RÄISÄNEN, M. Valorization of Finnish mining tailings for use in the ceramics industry. **Bulletin of the Geological Society of Finland**, [*s. l.*], v. 90, 2018.

SONG, S.; SOHN, D.; JENNINGS, H. M.; MASON, T. O. Hydration of alkali-activated ground granulated blast furnace slag. **Journal of Materials Science**, [*s. l.*], v. 35, n. 1, p. 249–257, 2000.

SOUSA, V.; BOGAS, J. A. Comparison of energy consumption and carbon emissions from clinker and recycled cement production. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 306, p. 127277, 2021.

STOCKMAN, C.; SOTO, J.; GONZALEZ, D. Peruvian gold-cyanide tailings filtration – a detailed cost comparison. **Paste 2014**, [*s. l.*], 2014.

STRONACH, S. A.; WALKER, N. L.; MACPHEE, D. E.; GLASSER, F. P. Reactions between cement and As(III) oxide: The system CaO SiO2 As2O3 H2O at 25°C. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 17, n. 1, p. 9–13, 1997.

STUMPE, B.; ENGEL, T.; STEINWEG, B.; MARSCHNER, B. Application of PCA and SIMCA Statistical Analysis of FT-IR Spectra for the Classification and Identification of

Different Slag Types with Environmental Origin. **Environmental Science & Technology**, [*s. l.*], v. 46, n. 7, p. 3964–3972, 2012.

SUN, M.; HU, G.; HU, J.; ZHANG, H.; LI, Y.; WANG, W.; ZHANG, G. Simulation Study on the Size Effect of Secant Modulus of Rocks Containing Rough Joints. **Sustainability**, [*s. l.*], v. 14, n. 23, p. 15640, 2022.

TAJUELO RODRIGUEZ, E.; GARBEV, K.; MERZ, D.; BLACK, L.; RICHARDSON, I. G. Thermal stability of C-S-H phases and applicability of Richardson and Groves' and Richardson C-(A)-S-H(I) models to synthetic C-S-H. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 93, p. 45–56, 2017.

TALAEI, A.; PIER, D.; IYER, A. V.; AHIDUZZAMAN, M.; KUMAR, A. Assessment of long-term energy efficiency improvement and greenhouse gas emissions mitigation options for the cement industry. **Energy**, [*s. l.*], v. 170, p. 1051–1066, 2019.

TALLING, B.; BRANDSTETR, J. Present State and Future of Alkali-Activated Slag Concretes. **Proceedings of the Third International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete.**, [*s. l.*], v. 2, p. 1519–1545, 1989.

TANKIEWICZ, M.; STRÓZYK, J.; ZIEBA, Z. Undrained Shear Strength cu and Undrained Elastic Modulus Eu of Anthropogenic Soils from Laboratory Tests. **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, [*s. l.*], v. 906, n. 1, p. 012118, 2021.

TANTAWY, M. A. Effect of High Temperatures on the Microstructure of Cement Paste. **Journal of Materials Science and Chemical Engineering**, [*s. l.*], v. 5, n. 11, p. 33–48, 2017.

TARRAS-WAHLBERG, N. H.; FLACHIER, A.; LANE, S. N.; SANGFORS, O. Environmental impacts and metal exposure of aquatic ecosystems in rivers contaminated by small scale gold mining: the Puyango River basin, southern Ecuador. **Science of The Total Environment**, [*s. l.*], v. 278, n. 1, p. 239–261, 2001.

TAYLOR, H. F. W. Nanostructure of CSH: Current status. **Advanced Cement Based Materials**, [*s. l.*], v. 1, n. 1, p. 38–46, 1993.

TEIXEIRA, J. B. G.; KISHIDA, A.; MARIMON, M. P. C.; XAVIER, R. P.; MCREATH, I. The Fazenda Brasileiro gold deposit, Bahia; geology, hydrothermal alteration, and fluid inclusion studies. **Economic Geology**, [*s. l.*], v. 85, n. 5, p. 990–1009, 1990.

TERASHI, M.; JURAN, I. Ground improvement - State of the art. **ISRM International Symposium**, [*s. l.*], v. 1, 2000.

THOMAS, S.; MEISE-GRESCH, K.; MÜLLER-WARMUTH, W.; ODLER, I. MAS NMR Studies of Partially Carbonated Portland Cement and Tricalcium Silicate Pastes. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 76, n. 8, p. 1998–2004, 1993.

TOKARSKI, R. B. **Estudo da Viabilidade Técnica para a Utilização do Rejeito Passivo de Carvão Mineral na Confecção de Blocos de Concreto.** Tese (doutorado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná-UTFPR [*s. l.*], 2022.

TOMASI, L. F. **Comportamento mecânico de resíduo de mineração estabilizado com cimento**. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS [*s. l.*], 2018.

TOMASI, L. F. **Instability Behavior of a Gold Tailings**. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil - UFRGS [*s. l.*], 2023.

TONINI DE ARAÚJO, M.; TONATTO FERRAZZO, S.; MANSUR CHAVES, H.; GRAVINA DA ROCHA, C.; CESAR CONSOLI, N. Mechanical behavior, mineralogy, and microstructure of alkali-activated wastes-based binder for a clayey soil stabilization. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 362, p. 129757, 2023.

TORRES-CARRASCO, M. **Reutilización de residuos vítreos urbanos e industriales en la fabricación de cementos alcalinos. Activación, comportamiento y durabilidad.** Tese (Doutorado) - Faculdade de Ciências - Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroj. Madrida, [*s. l.*], 2015.

TORRES-CARRASCO, M.; PUERTAS, F. Alkaline activation of different aluminosilicates as an alternative to Portland cement: alkali activated cements or geopolymers. **Revista ingeniería de construcción**, [*s. l.*], v. 32, n. 2, p. 05–12, 2017.

TRAVERSE. **Global Tailings Review**. [*s. l.*], 2020. Disponível em: https://globaltailingsreview.org/wp-content/uploads/2020/08/Global-Tailings-Review-Consultation-Report-August-2020-compressed.pdf. Acesso em: 5 jun. 2023.

TRINDADE, A. C. C.; SILVA, F. A.; ALCAMAND, H. A.; BORGES, P. H. R. On the Durability Behavior of Natural Fiber Reinforced Geopolymers. *Em*: **Proceedings of the 41st International Conference on Advanced Ceramics and Composites**. [*S. l.*]: John Wiley & Sons, Ltd, 2018. p. 215–228. Disponível em: https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/9781119474746.ch20. Acesso em: 16 jan. 2024.

ULRICH, B.; COFFIN, J.; JEWELL, R.; FOURIE, A. B.; CALDWELL, J.; PIMENTA, J. **Considerations for tailings facility design and operation using filtered tailings**. [*S. l.*]: Australian Centre for Geomechanics, 2013. Disponível em: https://papers.acg.uwa.edu.au/p/1363_15_Ulrich/. Acesso em: 14 maio 2025.

USACE, U. S. A. C. of E. EM 1110-3-137: Soil Stabilization for Pavements Mobilization Construction. **Engineering and Design**, [*s. l.*], 1984.

USEPA-UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Hazardous Waste Test Methods/SW-846**. [*s. l.*], n. 1, p. 1–35, 1992.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. Factors affecting the immobilization of metals in geopolymerized flyash. **Metallurgical and Materials Transactions B**, [*s. l.*], v. 29, n. 1, p. 283–291, 1998.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part I. Theory and applications. **Minerals Engineering**, [*s. l.*], v. 10, n. 7, p. 659–669, 1997.

VEMPATI, R. K.; BORADE, R.; HEGDE, R. S.; KOMARNENI, S. Template free ZSM-5 from siliceous rice hull ash with varying C contents. **Microporous and Mesoporous Materials**, [*s. l.*], v. 93, n. 1, p. 134–140, 2006.

VICENT, M.; CRIADO, M.; GARCÍA-TEN, J. Alkali-activated materials obtained from asphalt fillers and fluorescent lamps wastes. **Journal of Cleaner Production**, [*s. l.*], v. 215, p. 343–353, 2019.

VICK, S. G. **Planning, Design, and Analysis of Tailings Dams**. [*S. l.*]: BiTech Publishers Ltd., 1990. Disponível em: https://open.library.ubc.ca/soa/cIRcle/collections/ubccommunityandpartnerspublicati/52387/items/1.0394902. Acesso em: 21 jun. 2023.

VOLKOV-HUSOVIĆ, T.; MARTINOVIC, S.; VLAHOVIC, M. Historical overview of refractory lining in the blast furnace. **Metallurgical and Materials Engineering**, [*s. l.*], v. 28, n. 2, p. 359–368, 2022.

VROM-RUIMTELIJKE ORDENING EN MILIEUBEHEER. Dutch Target and Intervention Values. **Ministerie van Volksuisveting Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer**, [*s. l.*], p. 51, 2000.

WANG, P.; CHEN, P.; MING, Y.; LI, Q.; DONG, X. In-Depth Insight into the Effects of Steel Slag and Calcium Hydroxide on the Properties of a Fly Ash–Red Mud Geopolymer. **Materials**, [*s. l.*], v. 17, n. 6, p. 1249, 2024.

WANG, D. L.; CHEN, M. L.; TSANG, D. D. C. W. Chapter 5 - Green remediation by using low-carbon cement-based stabilization/solidification approaches. *Em*: HOU, Deyi (org.). **Sustainable Remediation of Contaminated Soil and Groundwater**. [*S. l.*]: Butterworth-Heinemann, 2020. p. 93–118. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780128179826000057. Acesso em: 10 jan. 2024.

WANG, S.; MULLIGAN, C. N. Natural attenuation processes for remediation of arsenic contaminated soils and groundwater. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 138, n. 3, p. 459–470, 2006.

WANG, S.-D.; PU, X.-C.; SCRIVENER, K. L.; PRATT, P. L. Alkali-activated slag cement and concrete: a review of properties and problems. **Advances in Cement Research**, [*s. l.*], v. 7, n. 27, p. 93–102, 1995.

WANG, S.-D.; SCRIVENER, K. L. Hydration products of alkali activated slag cement. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 25, n. 3, p. 561–571, 1995.

WANG, S.-D.; SCRIVENER, K. L.; PRATT, P. L. Factors affecting the strength of alkali-activated slag. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 24, n. 6, p. 1033–1043, 1994.

WANG, W.; SHAO, Y.; HOU, H.; ZHOU, M. Synthesis and thermodynamic properties of arsenate and sulfate-arsenate ettringite structure phases. **PLOS ONE**, [*s. l.*], v. 12, n. 7, p. e0182160, 2017.

WANG, P. Z.; TRETTIN, R.; RUDERT, V. Effect of fineness and particle size distribution of granulated blast-furnace slag on the hydraulic reactivity in cement systems. **Advances in Cement Research**, [*s. l.*], v. 17, n. 4, p. 161–167, 2005.

WANG, D. Y.; WANG, B.; SUN, G. Z. Research on comprehensive utilization of secondary resources of gold tailings in Yunnan. **Mining research and development**, [*s. l.*], v. 33, p. 62–68, 2013.

WANG, X.; XIONG, Y.; ZHANG, C.; WANG, Y.; LIU, B.; LIU, Y. Uncovering the influence of gold tailings on foam stability and mechanical performances of foamed concrete. **Scientific Reports**, [*s. l.*], v. 15, n. 1, p. 5189, 2025.

WANG, Q.; YAO, G.; ZHU, X.; WANG, J.; WU, P.; LYU, X. Preparation of Portland Cement with Gold Ore Tailings. **Advances in Materials Science and Engineering**, [*s. l.*], v. 2019, p. e1324065, 2019.

WANG, D.; ZHANG, B.; ZHU, L.; YANG, Y.; LI, M. Soil and vegetation development along a 10-year restoration chronosequence in tailing dams in the Xiaoqinling gold region of Central China. **Catena**, [*s. l.*], v. 167, p. 250–256, 2018.

WHITING, J. **Manufacture of cement.** United States Patent Office. Specification forming part of lettes patent No 544,706. Serial No. 537, 404., [*s. l.*], 1895.

WILLIAMS, D. A.; WILLIAMS, D. J. Trends in tailings storage facility design and alternative disposal methods. **Proceedings of ACMER Workshop on Design and Management of Tailings Storage Facilities to Minimise Environmental Impacts During Operation and Closure (p. 28), Australian Centre for Minerals Extension and Research, Brisbane**, [*s. l.*], 2004.

WINTER, D. **Resistência, rigidez e durabilidade de solos arenosos estabilizados com materiais mais sustentáveis.** Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, [*s. l.*], 2018.

WORLD GOLD COUNCIL. **Global mine production by country**. [*S. l.: s. n.*], 2022. Disponível em: https://www.gold.org/goldhub/data/gold-production-by-country. Acesso em: 5 jun. 2023.

YE, Y.; LIU, Y.; SHI, T.; HU, Z.; ZHONG, L.; WANG, H.; CHEN, Y. Effect of Nano-Magnesium Oxide on the Expansion Performance and Hydration Process of Cement-Based Materials. **Materials**, [*s. l.*], v. 14, n. 13, p. 3766, 2021.

YLINIEMI, J.; PESONEN, J.; TIAINEN, M.; ILLIKAINEN, M. Alkali activation of recovered fuel–biofuel fly ash from fluidised-bed combustion: Stabilisation/solidification of heavy metals. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 43, p. 273–282, 2015.

YLMÉN, R.; JÄGLID, U.; STEENARI, B.-M.; PANAS, I. Early hydration and setting of Portland cement monitored by IR, SEM and Vicat techniques. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 39, n. 5, p. 433–439, 2009.

YU, P.; KIRKPATRICK, R. J.; POE, B.; MCMILLAN, P. F.; CONG, X. Structure of Calcium Silicate Hydrate (C-S-H): Near-, Mid-, and Far-Infrared Spectroscopy. **Journal of the American Ceramic Society**, [*s. l.*], v. 82, n. 3, p. 742–748, 1999.

YUKSEL, I. 12 - Blast-furnace slag. *Em*: SIDDIQUE, Rafat; CACHIM, Paulo (org.). **Waste and Supplementary Cementitious Materials in Concrete**. [*S. l.*]: Woodhead Publishing, 2018. (Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering). p. 361–415. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780081021569000122. Acesso em: 10 jan. 2024.

YUSUF, M. O. Bond Characterization in Cementitious Material Binders Using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy. **Applied Sciences**, [*s. l.*], v. 13, n. 5, p. 3353, 2023.

ZAWRAH, M. F.; GADO, R. A.; FELTIN, N.; DUCOURTIEUX, S.; DEVOILLE, L. Recycling and utilization assessment of waste fired clay bricks (Grog) with granulated blast-furnace slag for geopolymer production. **Process Safety and Environmental Protection**, [*s. l.*], v. 103, p. 237–251, 2016.

ZHANG, J.; GUO, W.; FU, Y.; FENG, Y.; WANG, Q.; HU, G.; WANG, T. Study on the size effect of the secant modulus of rocks containing multiple parallel joints. **Frontiers in Materials**, [*s. l.*], v. 9, 2022. Disponível em: https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fmats.2022.992133. Acesso em: 5 jun. 2024.

ZHANG, J.; KE, G.; LIU, Y. Early Hydration Heat of Calcium Sulfoaluminate Cement with Influences of Supplementary Cementitious Materials and Water to Binder Ratio. **Materials**, [*s. l.*], v. 14, n. 3, p. 642, 2021.

ZHANG, J.; PROVIS, J. L.; FENG, D.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymers for immobilization of Cr6+, Cd2+, and Pb2+. **Journal of Hazardous Materials**, [*s. l.*], v. 157, n. 2, p. 587–598, 2008.

ZHAO, G.; LI, X.; ZHU, J.; ZHAO, X.; ZHANG, J.; ZHAI, J. Pollution Assessment of Potentially Toxic Elements (PTEs) in Soils around the Yanzhuang Gold Mine Tailings Pond, Pinggu County, Beijing, China. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, [*s. l.*], v. 18, n. 14, p. 7240, 2021.

ZHENG, X.; AN, H.-M.; ZHANG, F.; XU, K.-L. Risk Control on Life Loss During Tailings Dam Break. **Dongbei Daxue Xuebao/Journal of Northeastern University**, [*s. l.*], v. 38, p. 566–570, 2017.

ZHENG, L.; WANG, W.; GAO, X. Solidification and immobilization of MSWI fly ash through aluminate geopolymerization: Based on partial charge model analysis. **Waste Management**, [*s. l.*], v. 58, p. 270–279, 2016.

ZHENG, L.; WANG, W.; SHI, Y. The effects of alkaline dosage and Si/Al ratio on the immobilization of heavy metals in municipal solid waste incineration fly ash-based geopolymer. **Chemosphere**, [*s. l.*], v. 79, n. 6, p. 665–671, 2010.

ZHENKAI, P.; SHAOHUA, H.; ZHANG, C.; ZHOU, T.; HUA, G.; LI, Y.; LV, X. Key Parameters for Strength Control of Artificially Cemented Soils | Journal of Geotechnical and

Geoenvironmental Engineering | Vol 133, No 2. **Materials**, [*s. l.*], 2023. Disponível em: https://doi.org/10.3390/ma16020634. Acesso em: 11 jan. 2024.

ZHU, X.; RICHARDSON, I. G. Morphology-structural change of C-A-S-H gel in blended cements. **Cement and Concrete Research**, [*s. l.*], v. 168, p. 107156, 2023.

ZUO, Y.; NEDELJKOVIĆ, M.; YE, G. Coupled thermodynamic modelling and experimental study of sodium hydroxide activated slag. **Construction and Building Materials**, [*s. l.*], v. 188, p. 262–279, 2018.