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

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

Helena Portela Farenzena

Porto Alegre 2023

HELENA PORTELA FARENZENA

ESTABILIZAÇÃO DE RESÍDUO DE MINERAÇÃO DE FERRO POR MEIO DE UM SISTEMA LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO DE METACAULIM E SILICATO DE SÓDIO ALTERNATIVO

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

> Porto Alegre 2023

HELENA PORTELA FARENZENA

ESTABILIZAÇÃO DE RESÍDUO DE MINERAÇÃO DE FERRO POR MEIO DE UM SISTEMA LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO DE METACAULIM E SILICATO DE SÓDIO ALTERNATIVO

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

Porto Alegre, 15 de Março de 2023.

Prof. Nilo Cesar Consoli Ph.D. pela Concordia University (Montreal - Canada) Orientador Prof. Andres Mauricio Lotero Caicedo Dr. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul Coorientador

Prof. Lucas Festugato Coordenador do PPGEC/UFRGS

BANCA EXAMINADORA

Dr. João Paulo de Sousa Silva (VALE S.A.) D.Sc. Universidade de Brasília

Prof^a. Karla Salvagni Heineck (UFRGS) Dr^a. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof^a. Michéle Dal Toé Casagrande (UnB) Dr^a. pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Dedico este trabalho aos meus pais, Gilmor Farenzena e Orieta Portela, pelo incansável apoio e amor incondicional.

AGRADECIMENTOS

Agradeço e dedico esta dissertação de mestrado ao meu pai, Gilmor José Farenzena, por não medir esforços para realizar meus sonhos, pelo apoio incondicional, pelas palavras de consolo e confiança, és meu exemplo de ser humano. Agradeço e dedico esta dissertação de mestrado, também, a minha mãe, Orieta Habib Portela, pelas palavras sábias de apoio, pelas orações incansáveis, marmitas deliciosas, ligações intermináveis e o amor mais puro e genuíno que um dia já conheci. Eu amo vocês e agradeço imensamente a Deus por tê-los em minha vida!

Agradeço a minha irmã Julia Portela Farenzena e cunhado, Cassio Machado Malezan, pelos momentos divididos, churrascos magníficos e compreensão ao longo desta trajetória. Agradeço as minhas pequenininhas, Pipa Maria e Pandora Maria, pelo lambeijos e aubraços carinhosos. Agradeço ao meu companheiro e parceiro, Guilherme Schmitt Medina, por embarcarmos juntos nas aventuras da vida e encontrarmos paz e conforto em meio a diversos desafios. Amo vocês!

Ao professor e orientador Nilo Cesar Consoli, pela disponibilidade, acolhimento, conhecimentos transmitidos, assessoria e claro, os bombons de cada dia. Muito obrigada pela paciência e dedicação.

Ao professor e coorientador Andres Caicedo Lotero pelo suporte e reuniões de alinhamento. Obrigada pelo apoio! Agradeço também, a todos os demais professores que participaram desta trajetória e contribuíram para minha formação. Assim como, a banca examinadora deste trabalho que a partir de críticas, questionamentos e contribuições proporcionaram o aperfeiçoamento desta dissertação. Muito obrigada!

Aos amigos que a pós-graduação me presenteou. A Luana Rutz Schulz, por ter sido a primeira pessoa a me acolher em Porto Alegre, pela disponibilidade, dicas, apoio e drinks especiais. A Carolina Pereira dos Santos por me incentivar a enfrentar os desafios, pela confiança, suporte e ajuda no desenvolvimento desta pesquisa, mas acima de tudo, pela amizade e risadas sinceras nos momentos de angústia e felicidade. A Maria Mariana de Sousa Rocha pelas fextinhas, noites regadas a feijão verde, risadas e claro, os choros e fofocas de cada dia, sou muito grata por ter te conhecido.

A Camilla Martinatto, pelas risadas compartilhadas e quentões para aquecer a noite fria do Sul. Ao Rodrigo Zorzal Velten pelo estudo para as disciplinas, conhecimento transmitidos e acima de tudo pela paciência de ouvir meus áudios infinitos. A Andressa da Silva pelas palavras calmas de conforto e incentivo. Ao Maiki Mafessoli pelos momentos compartilhados e materiais escolares emprestados.

Agradeço ao Giovani Jordi Bruschi, pelo carinho, exemplo de pesquisador e crítico assíduo, agradeço-te por todo apoio e acima de tudo a tua amizade, simplicidade e genuinidade de ser. Agradeço também, pelas jantas, revisões incansáveis e paciência, eres um amigo que quero ao meu lado a vida inteira. Além disso, agradeço a todos os colegas da pós que, de alguma forma, contribuíram para a realização dessa pesquisa.

Por fim, agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ) pela bolsa de estudos que possibilitou a minha total dedicação ao mestrado e ao desenvolvimento desta pesquisa.

Se as coisas são inatingíveis... ora! Não é motivo para não querê-las... Que tristes os caminhos, se não fora A presença distante das estrelas!

Mário Quintana

RESUMO

FARENZENA, H. P. Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim alternativo e silicato de sódio alternativo. 2023. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

O setor da mineração representa uma atividade essencial para a economia, uma vez que é responsável pela produção de insumos indispensáveis a vida cotidiana. Entretanto, as atividades mineradoras geram volumes significantes de resíduos no decorrer dos processos de extração. Diversos desastres e grandes riscos atrelados a barragens de resíduos de mineração fazem da disposição destes materiais um desafio moderno. Como uma alternativa, a disposição de resíduos de mineração tem se concentrado no método de empilhamento a seco, entretanto para sua aplicação é necessário a compreensão adequada acerca do comportamento dos resíduos de mineração. Como um recurso capaz de melhorar a resistência mecânica e consequentemente o risco de colapso dos resíduos e mineração de ferro se apresenta a estabilização química, com uso de agentes cimentantes. Nesta conjuntura, como cimentos convencionais apresentam um alto impacto ambiental, espera-se globalmente pesquisas por novos materiais alternativos aos tradicionais. Neste contexto, o processo de álcali-ativação se apresenta como uma solução para os obstáculos inerentes a geração de resíduos, relacionados aos materiais cimentícios tradicionais. Esta pesquisa objetiva avaliar o comportamento mecânico e microestrutural de um resíduo de mineração de ferro (RMF) estabilizado por um cimento álcali ativado (CAA) composto de dois subprodutos da mineração: um metacaulim alternativo e um silicato de sódio alternativo, submetidos a um regime de deformações planas. Esta avaliação foi realizada a partir de ensaios simple shear e ensaios de microscopias eletrônicas de varredura (MEV) com EDS. O ensaio simple shear permite a condição de deformação plana em amostras totalmente saturadas sob condições de carregamento não drenadas. Foram realizadas misturas de resíduo de minério de ferro com 0, 1, 3, e 5% CAA, a fim de quantificar a influência dessa variável nos parâmetros de resistência e deformabilidade do material estudado. Os resultados mostram o grande impacto positivo na resistência do sistema RMF-CAA principalmente para proporções de 3 e 5% de CAA, entretanto a adição de 1% CAA foi suficiente para reduzir a tendencia compressiva encontrada nas amostras sem cimentação. A análise microestrutural permitiu observar que o resíduo de mineração de ferro, caracterizado pela ausência de ligação entre partícula, passa a apresentar ligações entre partículas à medida que se aumenta o teor de cimento, com produtos de reações identificados como géis N-A-S-H. Por fim, os resultados demonstraram que o CAA se apresenta como uma opção adequada para o melhoramento do comportamento mecânico do resíduo de mineração de ferro.

Palavras-chave: Resíduos de mineração de ferro; álcali ativação; metacaulim alternativo; silicato de sódio alternativo; ensaio simple shear; análise microestrutural.

ABSTRACT

FARENZENA, H. P. Stabilization of iron tailings through an alkali-activated system of alternative metakaolin and alternative sodium silicate. 2023. Dissertation (M.Sc. in Civil Engineering) - Graduate Program in Civil Engineering, UFRGS, Porto Alegre.

The mining sector represents an essential activity for the economy, being responsible for the production of indispensable products to everyday life. However, mining activities generate significant volumes of tailings during the extraction processes. Several disasters and major risks linked to tailings dams make the disposal of these materials a modern challenge. In this context, the need for adequate knowledge about the behavior of mine tailings is evidenced. A resource capable of improving mechanical resistance and consequently the risk of collapse presented is chemical stabilization, with use of cementing agents. At this juncture, as conventional cements have a high environmental impact, research is expected globally for new materials alternative to traditional ones. In this context, the alkali-activation process presents itself as a solution to the obstacles inherent to the generation of waste, related to traditional cementitious materials. This study aims to evaluate the mechanical and microstructural behavior of an iron ore tailing (IOT) stabilized by an alkali activated cement (AAC) composed of two by-products: an alternative metakaolin (MK) and an alternative sodium silicate (SS) through plane strain regiment. This evaluation was performed from simple shear assays and scanning electron microscopy (SEM) with EDS. The simple shear test allows a plane condition of shear in fully saturated samples under undrained loading conditions. Mixtures of iron tailings were made with 0, 1, 3, and 5% AAC to quantify the influence of this variable on strength and deformability parameters. The results from simple shear test show the greatest impact on the resistance of the IOT-binder from proportions of 3% and 5% AAC, however the addition of 1% AAC was sufficient to reduce the compressive tendency of the specimens without cementation. Regarding the microstructural characterization, it was observed that iron ore tailing, characterized by the absence of connection between particles, starts to present links between particles, with majority products of reactions N-A-S-H gels. Finally, the results showed the AAC presented is effective in cementing and stabilizing iron ore tailings, improving the overall capacities.

Keywords: *iron ore tailings, alkali activation, alternative metakaolin, alternative sodium silicate, simple shear tests, microstructural analysis.*

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1-Fluxograma típico de tratamento de minérios (adaptado de LUZ e LINS,
2018)
Figura 2.2 - Método construtivos de barragens de resíduo (adaptado de Fourie et al.
2022)
Figura 2.3 - Seção genérica de uma instalação de empilhamento a seco (adaptado de
LUPO AND HALL, 2011)
Figura 2.4- Classificação de resíduos de mineração com base na distribuição
granulométrica (adaptado de MCLEOD; BJELKEVIK (2017))
Figura 2.5- Compilado de curvas granulométricas de resíduos de minério de ferro
(Autora, 2022)
Figura 2.6- Envoltória de Mohr (adaptado de Lambe e Whitman, 1969)43
Figura 2.7- Modelo de polimerização proposto por Glukhovsky (adaptado de Duxson,
Fernández-Jiménez et al., 2007)
Figura 2.8- Representação dos sistemas álcali-ativados (adaptado de Provis e Van
Deventer, 2014)
Figura 2.9- Quadro Geral de aplicações de acordo com a relação Si/Al (Davidovits, 1999
apud Silva, 2019)
Figura 3.1- Resíduo de minério de ferro utilizado62
Figura 3.2- Curva granulométrica do RMF 62
1 iguru 5.2 Curvu Grunuroniouriou do refin -
Figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF64
Figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
Figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Curva granatometrica do famil i manufactura do familiar do familiar figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Curva granatometrica do famil i manufactura do familiar figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Curva granatometrica do famili manatometrica do familimatica do familima
 Figura 3.2 Curva granutometrica do frant francesco frantesco frante
 Figura 3.2 - Curva granatomentea do Taña Emplanationa do Taña Emplanationa do RMF
 Figura 3.2 Curva granatometrica do Tarir rimana de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Eur va granatometrica do Farir Figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF
 Figura 3.2 - Cui va granulonicaria do Tarin 1

Figura 4.2 - Gráfico de intervalos entre RCS e relação MK/SS......89

Figura 4.7 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 5%CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão

Figura 4.8 – Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 50kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva. 97

Figura 4.9 - Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 100kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva. 98

Figura 4.10 - Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 150kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva. 99

Figura 4.14 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 5%CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão

Figura 4.15 – Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 50kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Figura 4.16 - Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 100kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Figura 4.17 - Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 150kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Figura 4.18 – Comportamento tensão cisalhante em relação a deformação cisalhante para resíduo de mineração de ferro puro com 17 e 19kN/m³......110

Figura 4.21 - Módulo cisalhante tangente em relação a deformação cisalhante para 0,1,3,5%CAA para (a) peso específico seco de 17 kN/m³ e (b) peso específico seco de 19 kN/m³.

Figura 4.22- Trajetória de tensões no plano p'-q para 0,1,3,5%CAA (a) peso específico seco de 17 kN/m³ e (b) peso específico seco de 19 kN/m³......117

Figura 4.23 – Tensão cisalhante em relação a tensão vertical efetiva e envoltórias de
ruptura para 17 e 19kN/m ³ com (a) 0%CAA; (b) 1%CAA; (c) 0%CAA; (d) 1%CAA118
Figura 4.24 - Imagem MEV 100 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c)
3% CAA e (d) 5% CAA121
Figura 4.25 - Imagem MEV 500 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c)
3% CAA e (d) 5% CAA123
Figura 4.26 - Imagem MEV 1.000 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA
(c) 3% CAA e (d) 5% CAA123
Figura 4.27 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na (a) área 8 e (b) área 9124
Figura 4.28 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na (a) área 10 e (b) área 11125
Figura 4.29 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na (a) área 12 e (b) área 13126
Figura 4.30 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na (a) área 14 e (b) área 15127
Figura 4.31 - Imagem MEV 2.000 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA
(c) 3% CAA e (d) 5% CAA
Figura 4.32 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na área 16129
Figura 4.33 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na área 17130
Figura 4.34 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em
partículas da mistura de CAA na (a) área 18 e (b) área 19131

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1- Classificação dos resíduos de mineração. 38
Tabela 2.2- Compilado de peso específico real dos grãos de resíduos de minério de ferro.
Tabela 2.3- Compilado de valores de ângulo de atrito e intercepto coesivo de resíduos
de minério de ferro na literatura44
Tabela 3.1- Programa Experimental 58
Tabela 3.2- Fase II: Fator controlável e constantes 59
Tabela 3.3- Fase III: Delimitação dos ensaios simple shear 60
Tabela 3.4- Características físicas do RMF. 63
Tabela 3.5- Ensaio Proctor de energia normal de compactação do RMF: presente
pesquisa e literatura65
Tabela 3.6- Composição química percentual do RMF obtida a partir do espectrograma
de fluorescência de raios-X
Tabela 3.7- Composição química percentual do MK obtida a partir do espectrograma de
fluorescência de raios-X71
Tabela 3.8-Composição química percentual do SS obtida a partir do espectrograma de
fluorescência de raios-X
Tabela 4.1 - Informação do Fator Controlável. 87
Tabela 4.2 - Análise de Variância
Tabela 4.3- Comparação múltipla de médias pelo Método de Tukey
Tabela 4.4 – Máximos valores de poropressão positiva para ensaios com 0,1,3,5% CAA,
17 e 19 kN/m ³ 113
Tabela 4.5 – Valores iniciais (γ = 0,01%) de módulo cisalhante tangente para peso
específico seco de 17kN/m³115
Tabela 4.6 - Valores iniciais (γ = 0,01%) de módulo cisalhante tangente para peso
específico seco de 19kN/m ³ 116
Tabela 4.7- Parâmetros geotécnicos efetivos obtidos119

LISTAS DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas
- ANM Agência Nacional de Mineração
- ANOVA Análise de Variância
- ASTM American Society for Testing and Materials
- CAA- Cimento álcali ativado
- C-S-H Silicato Hidratado de Cálcio
- C-A-S-H Silicato de Cálcio Hidratado com Alumínio
- DRX Difratometria de Raios-X
- FRX Espectrometria de Fluorescência de Raios-X
- IBRAM Instituto Brasileiro de Mineração
- MK Metacaulim
- N-A-S-H Aluminossilicatos de Sódio Hidratado
- NBR Norma Brasileira
- RMF- Resíduo de mineração de ferro
- SS Silicato de Sódio

LISTAS DE SÍMBOLOS

Al - Alumínio

 Al_2O_3 - Óxido de alumínio (Alumina) Ca - Cálcio CaO - Óxido de cálcio $Ca (OH)_2$ - Hidróxido de cálcio *CaCO*₃ - Carbonato de cálcio Fe - Ferro Fe_2O_3 - Hematita Fe_2O_3 - Óxido de ferro G_0 - Módulo cisalhante inicial G_s - Peso específico real dos grãos γ_d - Peso específico aparente seco K - Potássio KOH - Hidróxido de potássio M - Grupo dos metais alcalinos M_2CO_3 - Carbonatos alcalinos M_2SO_4 - Sulfatos alcalinos Mg - Magnésio Na - Sódio NaOH - Hidróxido de sódio Na_2O - Óxido de sódio Na₂SiO₃ - Silicato de sódio - SS OH - Hidroxila Si - Silício -Si - O - Sialato

 $\boldsymbol{\omega}$ - Teor de umidade

SUMÁRIO

1	INTRO	DDUÇÃO		
	1.1 PRC	DBLEMA E RELEVÂNCIA DA PESQUISA		
	1.2 PRC	DBLEMA DA PESQUISA		
	1.3 OBJ	ETIVOS		
1.3.1		Objetivo geral		
	1.3.2	Objetivos específicos		
	1.4 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO			
2	REFEI	RENCIAL BIBLIOGRÁFICO		
	2.1 MIN	IÉRIO DE FERRO		
	2.1.1	Beneficiamento e geração de resíduos		
	2.1.2	Métodos de disposição de resíduos		
	2.2 RES	ÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO		
	2.2.1	Nomenclatura		
	2.2.2	Definição		
	2.2.3	Classificação resíduo de mineração		
	2.3 PRC	PRIEDADES GEOTÉCNICAS		
	2.3.1	Análise Granulométrica		
	2.3.2	Peso específico real dos grãos		
	2.3.3	Resistência ao cisalhamento		
	2.3.4	Composição química e mineralógica		
	2.4 EST	ABILIZAÇÃO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS		
	2.5 EST	ABILIZAÇÃO QUÍMICA		
	2.6 EST	ABILIZAÇÃO QUÍMICA POR ÁLCALI ATIVAÇÃO		
	2.6.1	Nomenclatura		
		2.6.2	Definição	
	2.6.3	Mecanismos de reação		
2.6.4 2.6.5		Produtos de reação em função da quantidade de cálcio	50	
		Ativadores		
	2.6.6	Precursores		
	2.6.7	Método One-part		
3	MATE	RIAIS E MÉTODOS	58	
	3.1 PRC	OGRAMA EXPERIMENTAL		
	3.1.1	Etapas do Programa Experimental	58	
	3.2 MA	TERIAIS	61	
	3.2.1	Resíduo de Minério de Ferro	61	

	3.2.2	Metacaulim	
	3.2.3	Silicato de Sódio	75
3	.3 PRO	DCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	77
	3.3.1	Espectrometria de Fluorescência de raios-X (FRX)	77
	3.3.2	Difratometria de raios-X (DRX)	
	3.3.3	Análise granulométrica	
	3.3.4	Peso específico real dos grãos	
	3.3.5	Ensaio de compactação	
	3.3.6	Limites de consistência	78
	3.3.7	Preparação das amostras	79
	3.3.8	Ensaio de Resistência à Compressão Simples	79
	3.3.9	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia por energia dispe	ersiva
(EDS)		79	
	3.3.10	Ensaio simple shear	79
	3.3.11	Procedimentos do ensaio simple shear	83
3	.4 ME	TODOLOGIA DE PESQUISA	
	3.4.1	Dosagem, Moldagem e Cura dos corpos de prova RCS e simple shear	
	3.4.2	Preparação amostras para microscopia eletrônica de varredura (MEV) com	
espectr	oscopia d	de raios-X por dispersão em energia (EDS)	85
4	APRE	SENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	
4	.1 Ens	AIOS DE COMPRESSÃO SIMPLES (RCS)	
4	.2 Ens	AIO SIMPLE SHEAR (SS)	
	4.2.1	Ensaios peso específico aparente seco de 17 kN/m ³	
	4.2.2	Ensaios peso específico aparente seco de 19 kN/m ³	100
	4.2.3	Análise dos resultados em conjunto	110
4	.3 Mic	ROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) COM ESPECTROSCOPIA DE RAIOS-X	POR
DISPERSÃO	O EM ENE	RGIA (EDS)	120
5	CONS	IDERAÇÕES FINAIS	
5	.1 COI	NCLUSÕES	
5	.2 SUG	GESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	135
REI	FERÊNC	CIAS BIBLIOGRÁFICAS	

1 INTRODUÇÃO

1.1 PROBLEMA E RELEVÂNCIA DA PESQUISA

Segundo Luz e Lins (2018), a mineração é descrita como uma atividade econômica e industrial que consiste na pesquisa, exploração, extração de metais e beneficiamento de minérios presentes na crosta terrestre. Bahurudeen *et al.* (2015) e Burris *et al.* (2015) ressaltam que materiais provenientes das indústrias extrativas de mineração são de enorme importância para o funcionamento da sociedade, principalmente no âmbito econômico, visto que constituem produtos indispensáveis como metais e materiais de construção.

Segundo o Instituto Brasileiro de Mineração (2022), a produção mineral brasileira apresentou uma queda de 13% no início de 2022 e consequentemente uma redução de receita da ordem de 20%, em relação ao mesmo período no ano anterior. Entretanto, mesmo neste cenário, a massa de minerais extraídos foi da ordem de 200 milhões de quilogramas, referente a cerca de 50 bilhões de reais, umas das maiores fontes de renda no Brasil (IBRAM, 2022). Ainda em âmbito nacional, 80% do valor total da produção mineral está atrelada a substâncias da classe dos metálicos, na qual se destaca os elementos ferro, ouro, cobre e alumínio (ANM, 2022). Dentre estes, evidencia-se o minério de ferro, o qual compõe cerca de 58% do faturamento total da indústria mineralógica do Brasil, sendo a principal fonte de renda e a maior produção mineral no último ano (ANM,2022). Entretanto, apesar da importância do setor extrativo minerador, suas atividades geram volumes consideráveis de resíduos no decorrer do processo (ARMSTRONG *et al.*, 2019).

Materiais sem aparente valor econômico, oriundos do processo de mineração, são conhecidos como resíduos de mineração. Carmignano *et al.* (2021) destacam entre esses, o resíduo de mineração de ferro, devido ao elevado número de reservas, alta capacidade de produção e altos teores de ferro das jazidas, além disso os autores apontam o Brasil como um dos maiores produtores de minério de ferro no mundo. O.U.S. *Geological Survey* (USGS) (2021) indica que as reservas mundiais de minério bruto e teor de ferro somam cerca de 180 e 84 bilhões de toneladas métricas, respectivamente. Em nível nacional verificam-se cerca de 34 bilhões de toneladas métricas de minério bruto e 15 bilhões de toneladas métricas de teor de

ferro, representando, aproximadamente, 19% do minério bruto e 18% do teor de ferro presente na crosta terrestre (USGS, 2021).

IBRAM (2016) pontua que a disposição dos resíduos de mineração exige diligências e que metodologia mais difundida no Brasil são as barragens de contenção. Visto isto, Duchesne e Doye (2005) salientam que estas estruturas necessitam suportar um elevado volume de resíduos. Neste cenário os autores asseguram como primordial, para garantir a segurança da construção, o completo entendimento geomecânico e hidráulico do material constituinte, não apenas da superestrutura como também do aterro.

Desastres como o rompimento da barragem do Fundão da Mina de Mariana e da barragem I da Mina do Córrego do Feijão, evidenciam a necessidade de compreensão adequada acerca do comportamento dos resíduos de mineração, bem como elucidam os problemas dos sistemas de contenção/disposição existentes. Além disso, os incidentes supramencionados constatam os impactos sociais, ambientais e econômicos ocasionados pelas falhas destas estruturas. Desta maneira, cresce mundialmente o uso da técnica de empilhamento a seco ou *dry stacking*, essas estruturas oferecem mais segurança, já que utilizam material filtrado e compactado (BURDEN E WILSON, 2023). Entretanto, para alcançar maiores estruturas de suporte, além do conhecimento das propriedades geomecânicas dos resíduos, é fundamental métodos que objetivam melhorar as propriedades e desempenho geomecânico de resíduos das atividades mineradoras (MORGENSTERN *et al.*, 2016; ROBERTSON *et al.*, 2019; CARMIGNANO *et al.*, 2021).

Neste contexto, chama-se atenção para a possibilidade do uso de técnicas de estabilização destes resíduos de mineração, a fim de melhorar as propriedades e desempenho para a disposição destes materiais com maior segurança (BRUSCHI, 2020; SANTOS *et al.*, 2021; SERVI 2022). A técnica de estabilização de materiais geotécnicos a partir do uso de aditivos químicos não é recente, sendo uma solução apontada para melhoramento das características físicas, químicas e mineralógicas. Destaca-se o uso de cimentos convencionais comumente verificados na literatura, por exemplo o cimento Portland (INGLÊS; METCALF, 1972; CONSOLI *et al.*, 2007, 2010, 2014, 2016, 2019, 2021, 2022; TOMASI, 2018; BRUSCHI, 2020; SANTOS, 2021; MARTINATTO, 2021).

Nesta conjuntura, é necessário ponderar iniciativas de mineração sustentável, a partir do desenvolvimento de tecnologias inovadoras e com eficiência energética (ZHANG; AHMARI; ZHANG, 2011). Desta maneira, Parveen *et al.*, (2018) avaliam que a demanda por materiais de baixo impacto ambiental, em conjunto com soluções para os resíduos gerados pelos processos

existentes, apresenta-se como um dos desafios modernos. Uma das soluções para os obstáculos inerentes a geração de resíduos, consiste na estabilização por meio da álcali-ativação (AHMARI; ZHANG; ZHANG, 2012). A álcali ativação é um processo químico complexo, em que a reação química é dada entre uma fonte de aluminossilicato (precursor) e uma fonte de metal alcalino (ativador), que reagem e formam estruturas com propriedades cimentantes (DAVIDOVITS, 1994; PALOMO; GRUTZECK; BLANCO, 1999).

Embora os ligantes álcali-ativados sejam considerados uma opção mais sustentável quando comparados ao cimento Portland, é importante ressaltar que o processo de produção de vários ativadores alcalinos também contribui para a geração de CO₂, considerando a energia consumida em seus processos de fabricação (TURNER E COLLINS, 2013). Por exemplo, durante a síntese do silicato de sódio tradicional, a emissão de CO₂ é estimada em 1,5 kg de CO₂ por kg de silicato de sódio (TCHAKOUTÉ et al., 2016). Assim, o ativador é normalmente preparado com reagentes comerciais de primeira linha, o que aumenta significativamente os custos financeiros e dilui severamente as vantagens ambientais iniciais (CRISTELO et al., 2015). Segundo Cristelo et al. (2015), este fato dificulta a maior difusão da técnica, criando a necessidade de desenvolver ativadores de baixo custo, baseados parcialmente ou exclusivamente em resíduos industriais. Assim, pesquisas vêm sendo desenvolvidas afim de sintetizar novos silicatos de sódio, aplicando fontes alternativas de sílica para substituir matérias-primas naturais (por exemplo, areia) (BERNAL et al. 2015; MORAES et al. 2018). Um exemplo desta aplicação, reside na utilização de resíduos de mineração arenosos, consequentes da atividade de extração e produção de minério de ferro (CHAMON E LAMEIRAS. 2019, SALDANHA et al. 2022). Desta forma, fontes alternativas de sílica para a sintetização de silicato de sódio estão surgindo como uma solução atraente.

Além disso, Frías *et al.* (2006) destacam que o metacaulim apesar de ser um precursor conhecido, com propriedades pozolânicas e elevada reatividade, exigem em sua produção a ativação térmica da caulinita em temperaturas altas e controladas (650 a 800 °C). Entretanto é possível mitigar os impactos ambientais da fabricação deste precursor, Gimenez-Garcia *et al.* (2016) indicam o uso de outra fonte baseada em resíduos de argila à base de caulinita, como os encontrados no estéril da mineração. Nesse contexto, Saldanha *et al.* (2022) avaliaram os impactos ambientais a partir da análise de ciclo de vida de um potencial ligante alternativo para empilhamento a seco de resíduos. Este ligante foi composto por um pó de silicato de sódio (ativador), obtido por meio de técnica alternativa de produção, e metacaulim, produzido com estéril de mineração. Os autores concluíram que o ligante produzido é uma alternativa

ambientalmente sustentável para estabilização de resíduos de ferro em comparação com ligantes alcalinos convencionais.

No entanto, o estudo do comportamento mecânico visando a estabilização de resíduos de minério de ferro com um ligante de precursor e ativador totalmente alternativo através do regime de deformações planas ainda é uma lacuna de pesquisa. A importância dos estudos com deformações planas é relatada desde 1987, Airey e Wood (1987) ressaltam que o simple shear é um ensaio capaz de simular a rotações das tensões principais. Wagner et al. (2023) pontuam que para empilhamento a seco, devido ao método de construção e às alturas alcançadas, o material que compõe a estrutura pode ser submetido a diferentes caminhos de tensão ao longo do plano de ruptura. Corte et al. (2016) complementa que em determinadas situações, como ao longo da cunha de ruptura de uma pilha, as deformações planas mostram-se mais representativa que ensaios como o triaxial, já que permitem a simulação da rotação completa do estado de tensão, impondo uma condição de deformação plana por meio de ensaios não drenados (onde a condição mais crítica é simulada).

Nesse contexto, é fundamental o desenvolvimento de estudos visando novas tecnologias e metodologias que busquem também a mitigação dos impactos ambientais. Assim, a presente pesquisa busca avaliar a viabilidade de utilizar um cimento álcali-ativado com subprodutos do processo de mineração como ativador e precursor (silicato de sódio e metacaulim, respectivamente) para estabilização de um resíduo de mineração de ferro. Esta avaliação é realizada por meio de ensaios *simple shear*, aplicando uma condição de deformação plana em amostras totalmente saturadas sob condições de carregamento não drenadas. Além disso, é realizado a análise microestrutural de algumas misturas a partir da microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EDS.

1.2 PROBLEMA DA PESQUISA

O presente estudo busca responder à questão: "Qual o efeito do uso de um ligante álcali ativado na estabilização de um resíduo de minério de ferro?"

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste estudo consiste em avaliar o comportamento tensãodeformação/resistência e microestrutural de um processo de álcali-ativação na estabilização de resíduos de mineração de ferro, por meio de um ligante álcali-ativado composto por metacaulim alternativo e silicato de sódio alternativo, sob deformações planas em condições saturadas e não drenadas.

1.3.2 Objetivos específicos

Diante do objetivo geral e do problema proposto nesta pesquisa, os seguintes objetivos específicos são requeridos:

 a) Avaliar a influência das diferentes proporções de precursores e ativador na resposta mecânica do ligante álcali-ativado. Determinar a relação metacaulim e silicato de sódio que apresentem maior resposta mecânica do sistema resíduo-ligante álcali ativado nas condições propostas;

b) Avaliar a resposta cisalhante das misturas submetidas a condições de deformação plana, a partir de ensaios *simple shear*. Verificar o impacto da utilização de um cimento alternativo na resposta cisalhante do resíduo de mineração em relação ao resíduo puro, sem cimentação;

c) Analisar as diferenças microestruturais encontradas para as misturas propostas em relação ao resíduo de mineração não cimentado.

1.4 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

Esta pesquisa está estruturada em cinco capítulos.

O primeiro, é composto pelos aspectos introdutórios do estudo. Inicialmente traz-se uma breve contextualização acerca de resíduos de mineração e cimentos álcali-ativados. Posteriormente, tem-se a apresentação da temática, a descrição do objetivo geral e dos objetivos específicos e, por fim, a estrutura da dissertação. O capítulo dois apresenta o referencial teórico. Este capítulo elucida com detalhes os conceitos trabalhados na pesquisa, de modo a fornecer uma base sólida para a discussão dos resultados e conclusões inerentes ao tema estudado.

No capítulo três o programa experimental e os materiais utilizados na pesquisa são apresentados, como também a descrição dos métodos utilizados para atingir os objetivos estabelecidos.

O quarto capítulo expõe os resultados dos materiais estudados e a análise e discussão dos dados obtidos.

O quinto capítulo contém as considerações finais acerca dos resultados, além de sugestões para trabalhos futuros.

2 REFERENCIAL BIBLIOGRÁFICO

Neste capítulo encontra-se o referencial bibliográfico acerca das principais temáticas abordadas neste estudo. Abrange-se conceitos sobre resíduos de minério de ferro, estabilização química de materiais geotécnicos, utilização de resíduos para formação de agentes cimentantes e utilização do método de álcali ativação.

2.1 MINÉRIO DE FERRO

O minério de ferro é definido como qualquer rocha ou mineral do qual é economicamente viável a extração do ferro (WILLS; NAPIER-MUNN, 2006). O ferro é o quarto elemento mais abundante da Terra e representa cerca de 5% da crosta terrestre. Comumente encontrado na forma de minério, o ferro tem sido usado por mais de quatro mil anos na fabricação de ferramentas e utensílios (FERREIRA *et al.*, 2015). Além disso, Luz *et al.*, (2018) ratificam que cerca de 99% do minério de ferro extraído é utilizado na fabricação de aço e ferro fundido.

No cenário de montante de reservas de minério de ferro bruto, de acordo com os resumos de *commodities* minerais (USGS, 2021), existem cerca de 170 bilhões de toneladas de minério no mundo. No Brasil, os valores de minério bruto e teor de ferro são de aproximadamente 34 e 15 bilhões de toneladas métricas, respectivamente. Além disso, os estados de Minas Gerais e do Pará apresentam-se como os maiores produtores de minério de ferro (ANM, 2020). O Anuário Mineral Brasileiro (ANM, 2020) destaca que no ano de 2019 o minério de ferro representou cerca de 70% do valor total de exportações, apresentando como principais parceiros comerciais a China e os Estados Unidos.

Em relação a composição do minérios, os principais minerais que contém ferro são: hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4), goethita (FeO.OH), siderita (Fe_2CO_3) e limonita (Fe_2O_3 . H_2O) (WILLS; NAPIER-MUNN, 2006; LUZ *et al.*, 2018; SOUZA, 2020). Entretanto, é importante ressaltar que o minério bruto de ferro não se encontra em um estado suficientemente puro para utilização industrial, sendo assim é necessário o emprego de processos que o modifiquem a consecução do produto final, esse processo é denominado beneficiamento.

2.1.1 Beneficiamento e geração de resíduos

Existem diferentes tipos de processos de beneficiamento de ferro. A escolha do processo depende da composição mineral, do teor de ferro e do grau de liberação do ferro dos minerais (FILIPPOV *et al.*, 2014). Em geral, o beneficiamento do minério de ferro envolve operações para modificar a distribuição do tamanho das partículas e alterar a quantidade relativa de teor de ferro, entretanto sem alterar a constituição química dos minerais (NRM 18, 2001; LUZ *et al.*, 2018; LIMA *et al.*, 2020). O tratamento ou beneficiamento do minério bruto se faz necessário já que este material não se encontra em um estado suficientemente puro para utilização industrial (BEZERRA, 2017). O fluxograma de beneficiamento do minério de ferro variará de acordo com as características físicas, químicas e mineralógicas do minério (COELHO, 1984; SILVA & VALADARES, 1988; REIS, 2015). A Figura 2.1 apresenta um fluxograma simplificado sobre o beneficiamento de minérios de forma geral.



Figura 2.1-Fluxograma típico de tratamento de minérios (adaptado de LUZ e LINS, 2018)

Seguidamente ao processo de lavra, os minérios necessitam ser submetidos a procedimentos para extração do mineral de interesse (MUNIZ e OLIVEIRA-FILHO, 2006). Posteriormente, finaliza-se a lavra e dá-se prosseguimento ao processo de mineração pela britagem, peneiramento e moagem do minério. Em seguida, realiza-se uma classificação para determinar se os minerais estão fisicamente liberados, ou seja, que tenham idealmente partículas de uma única espécie mineralógica, podendo variar de centímetros até micrometros dependendo do mineral (LUZ *et al.*, 2018). Por fim, faz-se a separação das espécies minerais concentradas, por métodos gravíticos, magnéticos, eletrostáticos ou de flotação. A determinação do método para a etapa de concentração depende de fatores como a mineralogia do mineral de interesse e dos minerais de ganga (minerais não aproveitados), o tipo de padrão de liberação dos minerais e o tamanho da partícula (LUZ e LINS, 2018).

A etapa de concentração separa o resíduo do concentrado de minerais de interesse. Tanto o concentrado quanto o resíduo saem desse processo com alta saturação, seguem, assim, para o espessamento visando reduzir a quantidade presente de água. O resíduo depois de espessado geralmente é direcionado para disposição, enquanto o concentrado passa por mais duas etapas antes da obtenção do produto final: a filtragem e a secagem.

No Brasil, segundo Gomes (2009), os métodos utilizados para concentração de minérios de ferro são a concentração gravítica, separação magnética e flotação. Lins (2018) ressalta que a concentração gravítica é o processo no qual partículas de diferentes densidades, tamanhos e formas são separadas por ação da força da gravidade ou por forças centrífugas. Segundo o autor, este método é um dos mais antigos em utilização.

A separação magnética é um método amplamente utilizado na área de processamento de minérios para concentração de muitas substâncias minerais, sendo comumente empregada na concentração de minerais ferrosos. Esta técnica pode ser utilizada tanto a seco quanto a úmido, viabilizando seu uso em regiões áridas e úmida (SAMPAIO *et al.*, 2018).

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

Para os minérios com baixo teor de ferro a concentração é feita geralmente por métodos gravíticos, por concentração magnética e por flotação. Quando a liberação dos minerais de

interesse da ganga ocorre em faixas granulométricas mais grosseiras o método gravítico é utilizado. Já em casos de minérios que requerem moagem fina para a liberação dos minerais de interesse da ganga, a concentração é feita, na maioria das vezes, por separação magnética de alta intensidade a úmido e flotação catiônica reversa, sendo muito comum uma combinação dos mesmos (REIS, 2015). Entretanto, como supracitado, ao longo do processo de beneficiamento, para a obtenção do produto final são gerados resíduos, estes devem ser tratados e dispostos em locais adequados, assim existem alguns métodos para disposição de resíduos.

2.1.2 Métodos de disposição de resíduos

Atualmente, diversos países contam com dispositivos legais que garantem a ideal disposição dos resíduos de mineração, evitando práticas ambientalmente incorretas. O Manual de Gestão e Manejo de Resíduos de Mineração do IBRAM (2016) destaca que os processos de disposição de resíduos de minérios apresentaram uma evolução ao longo da história. No Brasil, há cerca de 300 anos, a geração de resíduos e os impactos ambientais decorrentes de sua disposição eram considerados desprezíveis, tendo como resultado o descarte direto na natureza (IBRAM, 2016). Na atualidade, os resíduos de mineração podem ser dispostos em: (a) minas subterrâneas; (b) cavas exauridas de minas; (c) pilhas; (d) empilhamento a seco (*dry stacking*); (e) disposição em pasta; e (f) barragens de contenção de resíduos (IBRAM, 2016).

Portanto, de maneira sintetizada, o Instituto Brasileiro de Mineração (2016) explica que os resíduos de mineração podem ser armazenados de diversas maneiras, a depender de natureza física e química destes, topografia do local, condições climáticas, regulamentações e limitações ambientais, além do contexto socioeconômico no qual as operações da mina e a usina de processamento estão localizadas. Ademais, o Instituto Brasileiro de Mineração (2016) completa que a disposição dos resíduos de mineração exige diligências e que uma das metodologias mais utilizadas no Brasil é a disposição de resíduos em reservatórios criados por diques de contenção ou barragens. Desta maneira, por se tratar do método de disposição de resíduos mais popular nacionalmente, será explicado com mais afinco neste trabalho.

Os requisitos básicos de uma estrutura de contenção de resíduos são prover um armazenamento seguro, estável, não poluente e econômico dos materiais (Tomasi, 2018). De acordo com Davies e Martin (2000), o grande volume de resíduos gerados, condicionados aos custos da disposição, faz com que seja atrativa a utilização destes materiais na construção das próprias barragens de contenção. Entretanto, para viabilizar tal processo, devem ser obedecidas algumas premissas, tais como: separação das frações grossa e fina dos resíduos; controle dos

processos de separação; utilização de sistemas de drenagem eficientes; compactação dos resíduos; proteção superficial da barragem, entre outras (IBRAM, 2016). Carneiro e Fourie (2018) afirmam que para o melhor custo-benefício de um determinado método de disposição, é necessário contabilizar corretamente todos os custos envolvidos, sendo esses sociais, econômicos e ambientais.

Ao longo da vida útil de uma barragem de contenção, a adição constante de material faz com que seja necessário o aumento da capacidade de contenção. Desta maneira, são adicionadas novas camadas acima do dique da partida. Esta técnica recebe o nome de alteamento. As barragens de contenção podem ser alteadas de diferentes formas, cada qual apresentando vantagens e desvantagens do ponto de vista técnico, ambiental, econômico e/ou de risco associado. Os três tipos de alteamento de barragens de contenção existentes são, jusante, montante e linha de centro. A Figura 2.2 representa os tipos de alteamentos de barragens supracitados.



Método de construção de Montante



Método de construção de Linha Central



Método de construção de Jusante



O método de montante é o mais antigo, simples e econômico método de construção de barragens. A etapa inicial na execução deste tipo de barragem consiste na construção de um dique de partida, normalmente de material argiloso ou enrocamento compactado. Após realizada esta etapa, o resíduo é lançado na direção a montante da linha de simetria do dique,

formando assim a praia de deposição, que se tornará a fundação e eventualmente fornecerá material de construção para o próximo alteamento. Este processo continua sucessivamente até que a cota final prevista em projeto seja atingida (ARAUJO, 2006; IBRAM, 2016). De acordo com Troncoso (1997), o método de montante para alteamento de barragens de resíduo é o mais econômico em curto prazo, pois permite obter a menor relação entre volumes de areia/lamas. Entretanto Araújo (2006) pondera que apesar de ter sido o mais utilizado pela maioria das mineradoras, o método de montante apresenta um baixo controle construtivo, tornando-se um método inseguro. O autor ressalta que o elemento crítico está ligado ao fato de os alteamentos serem realizados sobre materiais previamente depositados e não consolidados. Desta maneira, sob condição saturada e baixo estado de compacidade, estes resíduos tendem a apresentar baixa resistência ao cisalhamento e susceptibilidade à liquefação por carregamentos dinâmicos e estáticos. Além disso, como uma complicação adicional existe a dificuldade na implantação de um sistema interno de drenagem eficiente, a fim de controlar o nível d'água dentro da barragem.

No método de jusante, a etapa inicial consiste na construção de um dique de partida, normalmente de solo ou enrocamento compactado, e os alteamentos subsequentes são realizados para jusante do dique de partida, deslocando a linha central do topo da barragem a jusante (DUARTE, 2008; IBRAM, 2016). Este processo continua sucessivamente até que a cota final prevista em projeto seja atingida. De acordo com Klohn (1981), a vantagem do método jusante se dá no controle no lançamento e compactação do material, além do resíduo previamente depositado não ser utilizado como fundação para os alteamentos futuros. O autor também cita como vantagem a possibilidade de instalação de sistemas de drenagem interna desde a construção da barragem, podendo prolongá-los por todo o alteamento, ampliando a estabilidade, a partir do controle da sua linha de saturação. Embora o método de jusante possibilite um maior controle durante a etapa construtiva, é um método cuja demanda de volume de material é grande e ocupa uma extensa área de construção, que aumenta a cada novo alteamento, impactando diretamente em um custo mais elevado (ARAÚJO, 2006).

Um método de alteamento intermediário entre os métodos de montante e de jusante é o método de linha de centro, que aparece como uma tentativa de minimizar as desvantagens dos métodos anteriormente descritos (VICK, 1983). De acordo com Assis & Espósito (1995), no método de linha de centro há um alteamento vertical da crista, e esse eixo vertical coincide em todos os alteamentos. É possível a instalação de zonas de drenagem em todas as faces do alteamento, controlando a saturação e dissipando a poropressão, sendo um método atrativo para zonas de alta sismicidade. Este método, por não exigir uma praia de resíduos extensa, permite

o uso de resíduos com granulometria mais fina, podendo realizar alteamentos em menores intervalos de tempo, quando comparado com os métodos de montante ou de jusante (EPA, 1994). O método de alteamento por linha de centro apresenta desvantagens relacionadas ao maior volume de material necessário e área de construção, quando comparado com o método de montante. Segundo Troncoso (1997), pode haver perda de confinamento na parte superior do talude quando as inclinações a montante forem muito altas, o que pode ocasionar em fissuras, causando erosão e aumento de poropressões.

Segundo Araújo (2006), a escolha de um ou outro método de execução irá depender de uma série de fatores, tais como: tipo de processo industrial, características geotécnicas e nível de produção de resíduos, necessidade de reservar água, necessidade de controle de água percolada, sismicidade, topografia, hidrologia, hidrogeologia e custos envolvidos. Ao longo dos anos, segundo Tomasi (2018) as barragens alteadas pelo método de montante se mostraram de mais fácil execução e economicamente mais viáveis, sendo preferencialmente adotadas pelas empresas mineradoras. Entretanto, são estas, também, as mais suscetíveis a acidentes e rupturas, em geral.

Segundo Servi (2022), as rupturas de barragens de contenção são ocasionadas por diversos fatores, podendo ser atribuídos erros operacionais, erros construtivos e/ou erros de projeto. Diversos rompimentos envolvendo barragens de contenção de resíduos são verificados ao longo da história, pode-se citar a barragem da mina de Stava, na Itália, em 1985; a barragem da mina de Fernandinho, no Brasil, em 1986; a barragem da mina de Merriespruit, na África do Sul, em 1994; a barragem da mina de Mariana, no Brasil, em 2015; a barragem da Mina do Córrego do Feijão, no Brasil, em 2019. O comitê da International Commission on Large Dams – ICOLD (2001) pontua que os métodos de alteamento adotados influenciam/corroboram para incidentes envolvendo barragens de contenção, desta maneira fez-se necessário atentar as legislações que norteiam os métodos de alteamento permitidos.

A Resolução N° 13, de 8 de agosto de 2019, em vigência, proíbe a utilização do método de alteamento de barragens de mineração por montante no Brasil (em países como Chile, por exemplo, o método já é condenado devido à alta sismicidade). Assim, tais estruturas construídas por este método de alteamento ou por um método desconhecido devem ser descaracterizadas.

A descaracterização de barragens, conforme Resolução N° 32, de 11 de maio de 2020, consiste no encerramento do recebimento de resíduos e/ou sedimentos, deixando de possuir características ou de exercer a função de barragem, devendo compreender as seguintes etapas: descomissionamento, controle hidrológico e hidrogeológico, estabilização e monitoramento.

O risco associado ao gerenciamento de resíduos, combinado com os avanços na tecnologia de filtragem, levou ao ressurgimento do interesse em "empilhamento a seco" (*dry stacking*), ou seja, a deposição de resíduos em uma pilha autoportante que tem o potencial de eliminar ou reduzir a necessidade de uma barragem (BURDEN E WILSON, 2023). Segundo Burden e Wilson (2023), o empilhamento a seco é normalmente obtido usando pressão ou filtração a vácuo para desidratar rapidamente os resíduos, que são então transportados por caminhão ou transportador e depois espalhados e compactados. Crystal and Hore (2018) e Amoah (2019) pontuam que uma barreira potencial para a expansão bem-sucedida de resíduos filtrados é o custo e a complexidade da operação envolvida na colocação e compactação de resíduos filtrados usando equipamentos de construção convencionais, além da limitação de altura dessas estruturas.

A disposição de resíduos espessos e pastosos apresentam alguns benefícios, como redução do consumo de água, redução dos volumes de resíduos, custos operacionais relativamente baixos e bom desempenho geoquímico (JEWELL AND FOURIE, 2006; WILLIAMS *et al.* 2008). No entanto, os autores citados pontuam que ainda assim, alguma forma de estrutura de contenção ainda é necessária para a disposição de resíduos espessos ou resíduos de pastosos sozinhos, bem como resíduos filtrados não compactados. Como alternativa, a construção de uma "pilha seca *ou dry stacking*" estável e autoportante requer tecnologias de filtragem e compactação, além da necessidade de conhecer a tendência de comportamento geomecânico destes materiais.

A filtração é amplamente utilizada em muitos campos para separar sólidos e líquidos. Burden and Wilson (2023) definem o passo a passo do processo: o material é colocado em um meio poroso (como papel de filtro ou pano) e um gradiente de pressão é aplicado ao longo do meio, causando fluxo de filtrado através do meio e formando uma "massa" densificada. Os autores pontuam que, em aplicações de resíduos, o gradiente de pressão pode ser aplicado por vácuo, ação de compressão mecânica ou por meio da bomba de alimentação. Além disso, as configurações de plantas de filtragem mais comumente usadas são tambores, placas empilhadas em alinhamento horizontal ou vertical ou correias horizontais. Os resíduos normalmente passam por um espessador convencional antes da filtração. A massa de filtro é frequentemente deixada para secar até o teor de umidade ideal antes da compactação na pilha. A eficiência do processo é dependente das propriedades dos resíduos. Baixo teor de finos, baixo teor de argila e alta gravidade específica são preferíveis para filtração (GREEN, 1981).

Uma das primeiras aplicações publicadas da tecnologia de resíduos filtrados é na indústria de mineração de carvão (GREEN, 1981). Em 2008, segundo AMEC (2022) havia 37 minas em operação em todo o mundo empregando tecnologias de resíduos filtrados, com taxas de produção médias de 24.000 t/dia. Além disso, segundo Burden and Wilson (2023) o número de instalações operacionais aumentou nos últimos anos, embora não exista uma lista abrangente na literatura. Crystal and Hore (2018) prepararam um inventário de 19 pilhas secas atualmente em operação, embora quase todas sejam pequenas operações abaixo de 10.000 t/dia. Avanços tecnológicos recentes levaram ao desenvolvimento de placas de filtro de volume muito alto com requisitos de manutenção mais baixos, o que pode ajudar a tornar a filtração viável para mineração em grande escala (WISDOM, 2020).

Além disso, autores como Watson et al. (2010) e Yilmaz e Fall (2017) pontuam que os resíduos filtrados são compostos por mais de 80% de teor de sólidos, muitas vezes apresentando teores de umidade próximos ao conteúdo ideal dos ensaios de compactação. Esses materiais formam a estrutura de contenção, criando as zonas estruturais. A infiltração e o escoamento das instalações são coletados e gerenciados em lagoas de coleta externas. Uma seção genérica de uma instalação de empilhamento a seco é apresentada na Figura 2.3.



Figura 2.3 - Seção genérica de uma instalação de empilhamento a seco (adaptado de LUPO AND HALL, 2011).

Wagner et al. (2023) pontuam que devido ao método de construção e às alturas alcançadas, o material que compõe a estrutura pode ser submetido a diferentes caminhos de tensão ao longo do plano de ruptura. Para atingir essas alturas e seguir a taxa de produção, diferentes níveis de compactação são atribuídos a diferentes regiões do empilhamento a seco.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

Nas bordas da pilha, está localizada a zona estrutural em que o material é compactado em estados mais densos, enquanto internamente pode ser depositado em condições menos compactadas (Figura 2.3) (DAVIES, 2011; LUPO AND HALL, 2011). Fotovvat e Sadrekarimi (2022) sugeriram os diferentes caminhos de tensão que o material pode ser submetido durante a construção de um aterro. Escolher ensaios que representam expressivamente as situações em campo é primordial, ciente disso maiores discussões acerca de ensaios que simulam situações em campo serão realizadas ao definir os ensaios aplicados ao presente trabalho.

A literatura publicada sobre as propriedades geotécnicas de resíduos filtrados é esparsa (LUPO AND HALL. 2010; NEWMAN *et al.* 2010; BUTIKOFER *et al.* 2017; ROBERTSON *et al.* 2017), entretanto, de uma maneira generalista, Burden and Wilson (2023) afirmam que resíduos de mineração proveniente de minerais metálicos filtrados demonstraram ter um comportamento semelhante à areia siltosa, passível de compactação e empilhamento. Por fim, diante das rupturas e incidentes envolvendo barragens de resíduos e o crescente consumo de materiais provenientes da indústria mineradora, novos métodos de aproveitamento de resíduos de mineração, como empilhamento a seco, surgem como opções ao método convencional de disposição em barragens. Entretanto, para sua aplicabilidade faz-se primordial conhecer as propriedades e características que envolvem o resíduo da mineração.

2.2 RESÍDUO DE MINÉRIO DE FERRO

2.2.1 Nomenclatura

Elementos resultantes das atividades humanos que apresentam características que inviabilizam a sua disposição em rede pública de esgoto ou em corpos de água são chamados resíduos e rejeitos sólidos, de acordo com a Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 (BRASIL, 2010). Entretanto, o termo que diferencia ambos é dado em função da possibilidade de reutilização, sendo:

"rejeitos: resíduos sólidos que, depois de esgotadas todas as possibilidades de tratamento e recuperação por processos tecnológicos disponíveis e economicamente viáveis, não apresentem outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada; [...]

resíduos sólidos: material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade, a cuja destinação final se procede, se propõe proceder ou se está obrigado a proceder, nos estados sólido ou semissólido, bem como gases contidos em recipientes e líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu
lançamento na rede pública de esgotos ou em corpos d'água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviáveis em face da melhor tecnologia disponível;"

De maneira geral, na literatura, os materiais resultantes do processo de beneficiamento do minério de ferro são identificados tanto como resíduos (BEDIN; 2010; NIERWINSKI, 2013; BEZERRA, 2017; TOMASI, 2018; SERVI, 2022) quanto rejeitos (ESPÓSITO, 2000; ARAÚJO, 2006; SOSNOSKI, 2016; LUZ *et al.*, 2018).

No presente trabalho, será seguida a nomenclatura estabelecida pela Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 (BRASIL, 2010), adotando o termo como resíduo de mineração, devido a viabilidade técnica, econômica e ambiental da reutilização, reciclagem e aproveitamento deste material.

2.2.2 Definição

KOSOFF *et al.* (2014) estabelecem resíduos como sendo um material composto por rocha moída, reagentes químicos e água utilizada no processo, oriundos da separação de minerais valiosos, que apresentam granulometria fina com forma angular e composição química oriunda da rocha mãe. Os autores destacam ainda que a maioria das grandes mineradoras produz significativamente mais resíduos do que os minerais econômicos. Por sua vez, Soares (2018) também definiu resíduos de mineração como uma combinação de materiais sólidos resultantes de processos químicos e físicos envolvidos na extração de metais e minerais recuperáveis, juntamente com água utilizada no método de beneficiamento.

Sabe-se que os resíduos de mineração normalmente apresentam propriedades geotécnicas distintas aos solos naturais. A heterogeneidade observada nos resíduos de mineração explicita a dificuldade em prever o comportamento físico-químico deste material. Esta heterogeneidade é resultante da variação das propriedades físico-químicas e mineralógicas de resíduos de mineração, conforme o tipo de minério extraído, método de beneficiamento e tratamento químico recebido (ARAÚJO, 2006; NIERWINSKI,2019). Desta forma, algumas classificações foram desenvolvidas a fim de tentar reconhecer estes materiais não convencionais, sem a necessidade de técnicas avançadas.

2.2.3 Classificação resíduo de mineração

De maneira simplista, Espósito (2000) define que os resíduos de mineração podem ser classificados como resíduos granulares ou lamas. A diferenciação entre ambos é feita pelo tamanho das partículas, ou seja, a granulometria. Resíduos com granulometria grossa (partículas maiores que 74 μ m), são definidos como granulares, já resíduos com granulometria fina (partículas menores que 74 μ m) são denominados lamas (ALSHAREDAH, 2016).

De forma mais complexa, McLeod e Bjelkevik (2017) apresentam uma classificação para resíduos de mineração conforme a granulometria, estabelecendo comparativos com solos convencionais, conforme descreve a Tabela 2.1 e indica na Figura 2.4.

Tabela 2.1- Classificação dos resíduos de mineração.

Classificação do Resíduo	Nomenclatura	Comparativo
Resíduos Granulares (Coarse tailings)	СТ	Areia siltosa não plástica
Resíduos de rochas intactas (Hard rock tailings)	HRT	Silte arenoso
Resíduos de rochas alteradas (Altered rock tailings)	ART	Silte arenoso com partículas de argila
Resíduos finos (<i>Fine tailings</i>)	FT	Argila siltosa altamente plástica com densidade e condutividade hidráulicas baixas
Resíduos ultrafinos (<i>Ultra fine tailings</i>)	UFT	Argila siltosa altamente plástica com densidade e condutividade hidráulicas baixíssimas

Fonte: Adaptado de MCLEOD; BJELKEVIK (2017).



Figura 2.4- Classificação de resíduos de mineração com base na distribuição granulométrica (adaptado de MCLEOD; BJELKEVIK (2017))

A classificação dos resíduos de mineração é realizada, de maneira a categorizar os resíduos de mineração. Assim como a classificação, o conhecimento das propriedades geotécnicas dos resíduos de mineração merece ênfase, de forma a estudar/estimar o comportamento físico e geomecânico destes materiais.

2.3 PROPRIEDADES GEOTÉCNICAS

As propriedades geotécnicas de resíduos de mineração devem ser avaliadas com bastante cautela, de forma a considerar a extensa série de processos físicos e químicos que estes materiais não convencionais foram submetidos. Além disso, suas características físicas e químicas não necessariamente são provenientes de sua composição mineralógica, como ocorre com solos naturais. Tanto a composição química e a estrutura cristalina, quanto a superfície específica são de extrema influência no comportamento geotécnico de resíduos de mineração (BEDIN, 2010).

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

De maneira geral, segundo Hu *et al.* (2017), resíduos de mineração granulares apresentam boa capacidade de suporte, baixa compressibilidade, alta permeabilidade e alta resistência ao cisalhamento, comportamento este atrelado a resistência friccional. Os autores ainda afirmam que as lamas apresentam um comportamento praticamente oposto, com elevada plasticidade, baixa permeabilidade e alta compressibilidade. Entretanto, para uma reciclagem otimizada do resíduo de minério de ferro, é primordial a compreensão das propriedades geomecânicas que impactam em seu uso (SERVI, 2022). Neste cenário, Rezende (2013) destaca alguns parâmetros geotécnicos de interesse prático, sendo: (i) parâmetros de resistência e deformabilidade: ângulo de atrito (ϕ), intercepto coesivo (c), módulo de elasticidade (E) e (ii) características físicas: peso específico (γ), peso específico dos grãos (Gs), teor de umidade natural (ω), limite de liquidez (ω L) e limite de plasticidade (ω P).

2.3.1 Análise Granulométrica

Jewell (1998) aponta que o tamanho dos grãos de resíduo de mineração depende das características do minério e do processo de moagem utilizado. Por esse motivo a curva granulométrica dos resíduos é repleta de incertezas (VICK, 1983). O tamanho do grão pode variar de areia média a silte ou argila (ZARDARI, 2010).

Diversos pesquisadores (WOLFF, 2009; BASTOS *et al.*, 2016; HU *et al.*, 2017; LI; COOP, 2018), desenvolveram estudos com resíduos de minério de ferro e verificam diferentes curvas granulométricas, constatando materiais granulares (CT), intermediários (HRT e ART) e/ou finos (FT e UFT). A Figura 2.5 apresenta curvas granulométricas de resíduos de minério de ferro encontrados na literatura, classificando-as de acordo com a proposta de McLeod e Bjelkevik (2017).



Figura 2.5- Compilado de curvas granulométricas de resíduos de minério de ferro (Autora, 2022).

A partir da Figura 2.5 é possível observar uma variabilidade significante nas curvas granulométricas. Essas variações são esperadas, e segundo Gzogyan et al (2005) em relação a quantidade de material, composição granulométrica e particularidades estruturais, os produtos finais de resíduos de mineração de ferro variam de acordo com a razão de minerais, tamanho dos grãos e espessuras do minério.

2.3.2 Peso específico real dos grãos

Os valores de peso específica real dos grãos, assim como as faixas de granulometria, exibem grande variabilidade em virtude da rocha mãe, da quantidade de partículas de argila e, acima de tudo, do teor de elementos metálicos existentes. Quanto maior o número de elementos metálicos, maior o valor do peso específico (VILLAR, 2002). Pontua-se que os resíduos de

mineração, em função da alta presença de óxidos de ferro, comumente apresentam valores de peso específico real dos grãos superiores aos verificados para solos convencionais (HU *et al.*, 2017; LI; COOP, 2019).

Em trabalhos com resíduos de mineração de ferro, Fourie e Torres-Cruz (2022) e Li e Coop (2019), demonstraram a alta variabilidade entre os resíduos de locais diferentes e destacam a importância de medir experimentalmente o peso específico real dos grãos. Os autores ressaltam que o valor do peso específico real dos grãos é afetado pelas particularidades do processo de mineração. E que muitas vezes, diferenças no peso específico real dos grãos para diferentes resíduos significam que diferentes estratégias de deposição podem precisar ser adotadas. A Tabela 2.2 destaca o peso específico real dos grãos para diferentes resíduos na literatura.

Origem	Peso específico real dos grãos (kN/m ³)	Fonte
Estados Unidos	29,9 - 30,4	Tawil (1997)
Brasil	30,0 - 33,0	Araújo (2006)
Índia	27,7	Ullas et al. (2010)
Brasil	27,4 - 30,0	Tarazona (2015)
Brasil	35,5	Bastos et al. (2016)
Nigéria	33,5	Etim et al. (2017)
China	30,8 - 32,3	Hu et al. (2017)
China	31,1 - 33,7	Li e Coop (2018)

Tabela 2.2- Compilado de peso específico real dos grãos de resíduos de minério de ferro.

Fonte: SERVI (2022).

Os valores médios de peso específico real de grãos comumente encontrados na literatura para materiais geotécnicos convencionais, varia de 25 a 28 kN/m³ (LAMBE; WHITMAN, 1969; NEVES, 2016). Os dados apresentados na Tabela 2.2 destacam uma elevada variação do peso específico real dos grãos para os resíduos de mineração (27,4 a 35,5 kN/m³) em comparação aos materiais geotécnicos convencionais (SERVI, 2022), este comportamento esta atrelado a presença de quantidades de ferro que promovem o aumento de peso específico real dos grãos.

2.3.3 Resistência ao cisalhamento

A ruptura dos solos ocorre, quase sempre, devido ao fenômeno de cisalhamento, onde partículas de solo movem-se ao longo de uma superfície, resultando em grandes deformações (PINTO, 2006). Há casos especiais onde podem ocorrem rupturas por tensões de tração ou por quebra dos grãos, sendo esta última condição mais comum para materiais geotécnicos frágeis como areias calcáreas (NEVES; CALDEIRA, 2018). Sabe-se que a maior porção de resistência ao cisalhamento de um solo é consequência do atrito entre as partículas do material, essa resistência, contida em um parâmetro conhecido como ângulo de atrito (LAMBE E WHITMAN, 1979; PINTO, 2006). Este ângulo é dependente da força normal aplicada e consiste no ângulo máximo que o componente tangencial pode exercer em relação à força normal ao plano. Além da resistência gerada em função do atrito entre as partículas, alguns solos possuem um componente de resistência devido à coesão (ou seja, resistência que é independente das tensões normais aplicadas, geradas apenas pela atração química entre as partículas) (RUBINOS *et al.*, 2015).

A resistência dos solos é usualmente definida em termos de envoltórias de tensão e do pico da curva tensão deformação, sendo comum interpretar a resistência ao cisalhamento em termos do critério de Mohr-Coulomb. Segundo Lambe e Whitman (1969), círculos de Mohr podem ser utilizados para representar o estado de tensões quando é atingida a tensão cisalhante máxima. Ao representar diferentes estados de tensões, é traçada uma linha tangente aos círculos de Mohr, chamada envoltória de Mohr, representado na Figura 2.6.



Figura 2.6- Envoltória de Mohr (adaptado de Lambe e Whitman, 1969)

O critério de ruptura Mohr-Coulomb surge com a necessidade da formação de um critério de ruptura aproximado por uma reta, utilizando os preceitos de Mohr - Coulomb.

Compondo a teoria e critério de ruptura, conceitos básicos como o atrito e a coesão, que fazem parte dos mecanismos de resistência dos solos, compõe a parte friccional e a parte coesiva resistiva do solo, respectivamente. Sendo assim, a tensão de cisalhamento na ruptura (τ) é dada em função da coesão (c), da tensão normal (σ) e do ângulo de atrito (ϕ), conforme indica a Equação 1.

$$\tau = c + \sigma * \tan \phi$$
 Equação 1

Pinto (2006) relata que o critério de ruptura de Mohr-Coulomb representa satisfatoriamente o comportamento de solos e que além disso, a resistência ao cisalhamento é comumente avaliada com base neste critério de ruptura. Além disso, a determinação dos parâmetros de resistência pode ser realizada a partir do diagrama dos invariantes de tensão. Neste diagrama são plotadas as trajetórias de tensões seguidas durante os ensaios. Por fim, Servi (2022) analisa que o conceito de resistência ao cisalhamento também pode ser empregado para resíduos de mineração de forma análoga ao aplicado para solos. A Tabela 2.3 destaca os valores encontrados para ângulo de atrito de pico e intercepto coesivo para diferentes resíduos de minério de ferro encontrados na literatura.

Tabela 2.3- Compilado de valores de ângulo de atrito e intercepto coesivo de resíduos de minério de ferro na literatura.

Origem	Intercepto coesivo (kPa)	Ângulo de atrito de pico (°)	Fonte
Brasil	0	35,0-43,0	Presotti (2002)
Brasil	0-6,0	31,0-39,0	Pereira (2005)
Brasil	0	40,0	Motta (2008)
China	0-28,5	32,0-38,0	Hu et al. (2017)
Brasil	0	35,12	Mafessoli (2022)

Fonte: AUTORA (2022).

É possível observar uma ampla faixa de variação dos valores. Alguns autores explicam (PRESOTTI, 2002; PEREIRA, 2005; MOTTA, 2008) que a origem, beneficiamento, porcentagem de finos, quantidade de teor de ferro presente no resíduo de minério de ferro, assim como a porosidade e índice de vazios afetam o comportamento e as propriedades de resistência destes materiais. Presotti (2002) completa que quando os parâmetros de resistência foram avaliados eliminando o efeito da porosidade inicial da amostra, foi verificado que o teor de ferro

realmente influencia os parâmetros de resistência do resíduo, fazendo com que amostras com maiores teores de ferro apresentem maiores ângulos de atrito. Observou ainda que a influência do teor de ferro mostrou-se mais significativa com a diminuição da porosidade inicial das amostras. O autor completa que esta característica de comportamento demonstra a dependência do ângulo de atrito com as características mineralógicas do resíduo, independentemente das suas condições granulométricas e compacidade inicial. Schnaid *et al.* (2004) e Servi (2022) complementa que os resíduos de mineração granulares tendem a apresentar intercepto coesivo nulo, com ângulos de atrito efetivos na faixa de 30 a 40 graus, sendo o nível de tensões confinantes um fator determinante para tal verificação.

2.3.4 Composição química e mineralógica

A composição química e mineralógica dos resíduos de minério de ferro depende principalmente da mineralogia da rocha processada, da natureza dos fluidos de processamento utilizados nos minerais alvo, da eficiência do processamento e do grau de intemperismo antes da disposição do material. Durante a exploração do minério de ferro, as rochas trituradas geram partículas de óxido de ferro, quartzo e argila (CORRÊA-SILVA et al., 2020; FONTES et al., 2018). Dependendo da classificação granulométrica, os resíduos podem ser classificados como finos ou grosseiros. O minério de ferro com alto teor de argila, por exemplo, tende a gerar partículas finas (BAZALUK et al., 2021; SRIVASTAVA et al., 2001; ZHANG et al., 2020). A flotação produz um resíduo mais granular composto principalmente de SiO₂ com pequenas quantidades de óxido de ferro, hidróxido e caulinita com um tamanho médio de partícula de 150 µm. Em termos de mineralogia, a maioria dos resíduos granulares são compostos principalmente de quartzo e pequenas quantidades de hematita e goethita (ARAUJO et al., 2003; EDRAKI et al., 2014). A variação no processamento resulta em diversos resíduos finais de mineração, com diferentes composições químicas e mineralógicas, sendo assim os teores de óxido de ferro e óxido de silício nos resíduos de minério de ferro são variáveis e dependentes do número de processos que o material esteve envolvido até sua formação final (ZHENG et al. 2016; D'AZEREDO ORLANDO et al., 2020).

Como visto, o conhecimento das propriedades geotécnicas permite estimar o comportamento do material a ser investigado. Na prática sabe-se que os materiais geotécnicos, normalmente, não se apresentam em condições ideias para uso. Nesta conjuntura, faz-se importante uma técnica que permita a alteração das propriedades geotécnicas do material problemático a partir de técnicas de estabilização ou melhoramento (CONSOLI *et al.*, 2007).

2.4 ESTABILIZAÇÃO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS

Pinto (2006) define que a técnica de estabilização de solos tem como finalidade o melhoramento dos parâmetros geotécnicos do solo, como durabilidade, permeabilidade, resistência, entre outros, a fim de torná-lo um material mais adequado para utilização em obras de engenharia. Além disso, Basha *et al.* (2005) apontam a estabilização de solos como uma alternativa com melhor custo-benefício para melhorar as propriedades do solo natural. Ainda segundo os autores, em consequência da heterogeneidade do solo, as técnicas utilizadas são diversas, sendo as mais comuns: estabilização química, mecânica e térmica, sem contar a estabilização granulométrica, a compactação, a drenagem, a estabilização com adição de fibras e as injeções de materiais estabilizantes (INGLES; METCALF, 1972; WINTERKORN; PAMUKCU, 1991; BASHA *et al.*, 2015).

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

2.5 ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA

Bruschi (2020) pontua que a estabilização química faz uso de um aditivo químico como cimento, cal, polímero, materiais betuminosos, entre outros, que reagem em contato com o material geotécnico. Estas reações permitem melhorar as condições mecânicas e hidráulicas do material considerado. Já disseminado no meio técnico, a estabilização química com cimento Portland é comumente chamada de solo-cimento, sendo basicamente um material endurecido, resultado de uma mistura de solo, cimento Portland e água, compactada em uma densidade elevada (U.S. ARMY CORPS OF ENGINEERS USACE, 2000; ABNT NBR 12253, 2012).

Pinto (2004) esclarece que existem problemáticas atreladas a produção e utilização de cimento Portland, como: (a) elevado consumo energético na fase de fabricação, por necessitar de temperaturas de até 1500°C; (b) elevada poluição ambiental por liberar aproximadamente um quilograma de CO_2 na fabricação de um quilograma de clínquer; (c) baixa resistência ao ataque de sulfatos, o que pode provocar reações expansivas; (d) considerável permeabilidade a penetração de cloretos, levando a redução do meio alcalino que protege as armaduras.

Já em 1986, Swamy (1986) alertava sobre a necessidade da substituição dos materiais de cimento Portland por ligantes alternativos, viáveis sob a ótica econômica, tecnológica e ambiental. Como alternativa, Mclellan *et al.* (2011) preconizam a utilização de ligante álcaliativados que demonstram grande potencial, não só pela redução em até 64% das emissões de gases do efeito estufa, como também por permitir a utilização de subprodutos industriais a base de aluminossilicatos (Weil *et al.*, 2009). O uso do processo de álcali-ativação na estabilização de solos é crescente e tem sido alvo de pesquisas ao longo dos anos (SOFI *et al.*, 2007, AHMARI; ZHANG; ZHANG, 2012; SHEKHAWAT; SHARMA; SINGH, 2019; LOTERO, 2020; BRUSCHI, 2020; SANTOS, 2021; MARTINATTO, 2021; SERVI, 2022). Com isso a próxima seção abrange especificadamente o processo de estabilização química por álcali ativação.

2.6 ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA POR ÁLCALI ATIVAÇÃO

O processo de álcali ativação com intuito de criar ligantes alternativos tem atraído interesse acadêmico e comercial mundialmente (AHMARI; ZHANG; ZHANG, 2012; SHEKHAWAT; SHARMA; SINGH, 2019). Segundo Davidovits (1994) esses ligantes alternativos são produzidos por meio da reação entre uma fonte de metal alcalino e uma fonte de aluminossilicato. Uma das características mais importantes da tecnologia de álcali ativação consiste na possibilidade de utilização tanto de materiais naturais como de subprodutos industriais. Além disso, ligantes álcali ativados apresentam potencial de portar diversas propriedades comercialmente atraentes, como por exemplo: resistência e durabilidade química (ALAM; DAS; RAO, 2019; XU; VAN DEVENTER, 2000); resistência a altas temperaturas (KUA *et al.*, 2016) e baixo custo de produção (ZHANG *et al.*, 2013). Diversos autores (DAVIDOVITS, 1991; KRIVENKO, 1994; PALOMO, 2014) apresentam esses cimentos alternativos com diferentes nomenclaturas, evidenciando a necessidade de uma padronização terminológica.

2.6.1 Nomenclatura

Palomo *et al.* (2014) salientam a falta de uma legislação específica para os materiais álcali ativados. Além disso, existe uma infinidade de nomes aplicados à descrição de materiais muito semelhantes que são sintetizados utilizando a mesma química, evidenciando a problemática referente a falta de uma nomenclatura oficial e clara para esta nova tecnologia (PALOMO *et al.*, 2014; KRIVENKO, 2017). Na literatura, encontram-se nomenclaturas como:

geopolímeros (Davidovits, 1991); geocimentos (Krivenko, 1994); cimentos ativados por álcali (Palomo, 2014), entre outros. Nesse contexto, optou-se nessa pesquisa por nomeá-las somente como álcali ativação.

2.6.2 Definição

A álcali ativação é um processo químico complexo, em que a reação química é dada entre uma fonte de aluminossilicato (precursor) e uma fonte de metal alcalino (ativador), que reagem e formam estruturas com propriedades cimentantes (DAVIDOVITS, 1994; PALOMO; GRUTZECK; BLANCO, 1999). Krivenko (2017) dita que o processo de álcali ativação é realizado a partir da mistura entre um material sólido finamente moído e um ativador alcalino. O autor pontua que, este material finamente moído deve ser rico em aluminossilicatos e apresentar estruturas amorfas, ou seja, apresentar-se como um material reativo e solúvel em meio alcalino. Ademais, o ativador alcalino deve ser altamente solúvel e pode se apresentar no estado sólido ou líquido. O ativador alcalino deste sistema pode incluir hidróxidos alcalinos, carbonatos e sulfatos ou qualquer substância solúvel que possa (a) fornecer cátions de metais alcalinos, (b) aumentar o pH da mistura e (c) acelerar a dissolução do precursor (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Esta mistura permite aumentar consideravelmente o pH da mistura e começar as distintas etapas do processo de álcali ativação.

As etapas subsequentes do processo de álcali ativação são oriundas de um processo de reações químicas, que dependem diretamente da caraterização dos mecanismos de reação por trás de seu sistema (PACHECO-TORGAL et al., 2015). No caso da álcali-ativação, as reações que ocorrem entre a ativadora alcalino e os precursores definem a natureza do produto formado (DUXSON et al., 2007).

Afim de obter produtos economicamente vantajosos e duráveis, faz-se importante compreender os mecanismos de reação de um ligante álcali ativado. Com isso, a próxima subseção apresenta as características inerentes a esses mecanismos.

2.6.3 Mecanismos de reação

O processo de álcali ativação ocorre através de fenômeno exotérmico devido a polimerização dos compostos dissolvidos, com a ativação da sílica e da alumina presente no material em uma solução alcalina fortemente concentrada (PINTO, 2004). Conforme Duxson *et al.* (2007), Victor Glukhovsky (1959) propôs um modelo conceitual geral para a ativação de materiais alcalinos, composto por fases (Figura 2.7): (a) Destruição-Coagulação: a dissolução do precursor sólido em espécies iônicas reativas que passam para o meio aquoso; (b)

Coagulação-Condensação: a coagulação e condensação através de um processo de policondensação, transitando de um estado coloidal à um gel; (c) Condensação-Cristalização: o processo de endurecimento e formação de produtos de reação, de várias composições e microestruturas. Posteriormente, alguns autores (DUXSON, 2007; FERNANDEZ-JIMENEZ, 2000; PROVIS, 2009) ampliaram a teoria proposta por Glukhovsky (1959), acrescentando conceitos acerca da síntese de zeólitas, exclusivamente para ativação de cinzas volantes.



Figura 2.7- Modelo de polimerização proposto por Glukhovsky (adaptado de Duxson, Fernández-Jiménez et al., 2007)

É resultante do processo de álcali ativação um material artificial metaestável que no estado de instabilidade termodinâmica, aperfeiçoa suas propriedades de ligação, para subsequentemente endurecer em temperaturas moderadamente baixas e períodos de cura em busca de maior estabilidade termodinâmica (Liew *et al.*, 2016). Os autores completam que os produtos de reação primário e secundário desse processo de síntese são muito aproximados aos formados no processo de hidratação do cimento Portland comum.

Os principais produtos gerados pelo mecanismo de polimerização são os géis C-A-S-H (silicato de cálcio hidratado com alumínio) e N-A-S-H (aluminosilicato de sódio hidratado). O gel C-A-S-H possui uma estrutura cristalina desordenada, análoga ao gel gerado pela hidratação do cimento Portland (C-S-H), enquanto o gel N-A-S-H possui estrutura amorfa ou semicristalina com maior alcalinidade e não possui cálcio (PUERTAS, 2011; GARCIA-LODEIRO, PALOMO e FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2015).

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

É necessário destacar que, de maneira genérica, ligantes álcali-ativados apresentam estruturas químicas diversificadas e que o conteúdo de cálcio na composição de um ligante álcali-ativado, se apresenta como um dos fatores que determina o grau de polimerização das estruturas de silicato (DUXSON *et al.*, 2007). Essa variedade levou a necessidade de classificar os produtos de reação em função da quantidade de cálcio (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015).

2.6.4 Produtos de reação em função da quantidade de cálcio

Devido à grande gama de possibilidades de fontes para geração de um ligante álcaliativado, são verificadas variações no processo de hidratação e nas características microestruturais do material cimentante formado. Nas últimas décadas, foi necessária a criação de um sistema de classificação dos materiais em duas categorias distintas, sendo elas: sistemas com alto teor de cálcio e sistemas com baixo teor de cálcio (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Além disso, os autores ressaltam que recentemente uma terceira categoria foi anexada, denominada sistemas híbridos. Na Figura 2.8 apresenta-se a classificação dos subgrupos dos materiais álcali-ativados apontada por Provis e Van Deventer (2014), os sombreamentos mais escuros correspondem as maiores quantidades de sódio e/ou potássio.



Figura 2.8- Representação dos sistemas álcali-ativados (adaptado de Provis e Van Deventer, 2014)

Em resumo, ambos sistemas são definidos como:

a) Sistema de alto cálcio – $(Na, K)_2 O - CaO - Al_2 O_3 - SiO_2 - H_2 O$: sistemas de alto cálcio são originários de materiais precursores com alta presença de cálcio e silício, sendo

ativados em condições alcalinas relativamente moderadas (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2000; SHI; KRIVENKO; ROY, 2006). O principal produto de reação formado é gel C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado), similar ao gel obtido no processo de hidratação do cimento Portland.

b) Sistema de baixo cálcio – $(Na, K)_2 O - Al_2 O_3 - SiO_2 - H_2 O$: Os sistemas de baixo cálcio são resultados de materiais precursores com alta presença de silício e alumínio e baixos (ou nulos) teores de cálcio. Para que se iniciem as reações deste sistema é necessária uma condição de trabalho mais agressiva, com elevadas temperaturas de cura (na faixa de 60-200°C) e um meio altamente alcalino. O principal produto de reação formado é um gel N-A-S-H (aluminossilicato alcalino hidratado), sendo este um polímero inorgânico alcalino tridimensional que pode ser considerado um precursor de zeólita (PALOMO; GRUTZECK; BLANCO, 1999; DUXSON *et al.*, 2007; PROVIS & VAN DEVENTER, 2019). Este gel pode ser comumente chamado de geopolímero ou polímero inorgânico. Os geopolímeros podem ser classificados como um subgrupo dos polímeros inorgânicos, em que sua fase ligante é composta quase que exclusivamente por aluminosilicatos em uma estrutura altamente coordenada (Rahier *et al.*, 1997).

Atualmente, é introduzida um terceiro sistema, combinação dos dois supracitados, definidos como cimento alcalino híbrido. Este material formado é resultado da ativação alcalina de precursores com óxidos de cálcio, óxidos de silício e óxidos de alumínio que somam conteúdos acima de 20% (PACHECO-TORGAL et al., 2014), podendo ainda conter teores de cimento Portland em sua composição. Os autores completam, que existe uma boa sinergia entre a resistência mecânica e a durabilidade, fazendo uso da coexistência estável dos produtos de hidratação-reação característicos do sistema de alto cálcio e do sistema de baixo cálcio, géis C-A-SH e N-A-S-H, respectivamente. O sistema híbrido é apresentado com maior detalhe nos trabalhos de Provis e Van Deventer (2009) e Pacheco-Torgal et al. (2015).

A especificação dos componentes do ligante álcali ativado é primordial para a efetividade do processo de álcali ativação. Desta forma, dois componentes são fundamentais para a produção de um cimento álcali-ativado: ativador alcalino e precursor.

2.6.5 Ativadores

Segundo Puertas (1995), a função da fonte ativadora no processo de ativação alcalina é acelerar a solubilidade do material precursor, favorecer a formação de hidratos estáveis com baixa solubilidade, além de favorecer a formação de uma estrutura com hidratos formados.

Sabe-se que a ativação alcalina é um processo químico que se inicia com a liberação de elementos silício (Si) e alumínio (Al) no caso de precursores cauliníticos e cálcio (Ca), silício (Si) e alumínio (Al), no caso de precursores com alto teor de cálcio, para posteriormente formar e estabilizar uma nova estrutura (para a qual é necessário um meio fortemente alcalino). Além disso, é necessário um cátion na solução que permita equilibrar as cargas desses produtos em formação (Severo *et al.*, 2013).

Estes materiais podem ser divididos em quatro grupos, sendo: hidróxidos alcalinos; silicatos alcalinos; carbonatos alcalinos; e sulfatos alcalinos (DUXSON *et al.*, 2007). Os hidróxidos alcalinos são bases fortes e fortemente corrosivas, sendo formados por um cátion alcalino metálico e um ânion hidróxido. O cátion metálico do composto pode ser originário de diversos elementos (sódio, potássio, lítio, rubídio ou césio), porém o hidróxido de sódio (NaOH) e o hidróxido de potássio (KOH) são os mais utilizados, em função do baixo custo e da alta solubilidade em água (DUXSON *et al.*, 2007; PROVIS & VAN DEVENTER, 2009).

Para os carbonatos alcalinos e os sulfatos alcalinos, verificam-se as formulações genéricas de M_2CO_3 e M_2SO_4 , respectivamente, sendo M o elemento que representa o grupo dos metais alcalinos (PROVIS & VAN DEVENTER, 2009). Para ambos grupos de ativadores, observa-se um bom custo benefício a partir da presença de sódio como cátion alcalino metálico, devido ao baixo consumo energético, menor preço e melhor reatividade, quando comparado ao potássio e outros (DUXSON *et al.*, 2007; PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015).

Os silicatos alcalinos apresentam semelhanças com os hidróxidos alcalinos, tendo forte presença de cátions metálicos provenientes de elementos de sódio e potássio, sendo frequente a utilização do silicato de sódio (Na_2SiO_3) e do silicato de potássio (K_2SiO_3) (SARGENT *et al.*, 2013). As soluções de silicato de sódio apresentam considerável desempenho da dissolução dos aluminossilicatos, resultando na aceleração de formação dos compostos cimentantes (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Assim, por se tratar do ativador alcalino utilizado neste trabalho, será definido com maior avidez.

O silicato de sódio é um composto inorgânico obtido através da combinação de SiO_2 (dióxido de silício ou sílica) e Na_2O (óxido de sódio), sua formulação geral é Na_2SiO_3 . O composto pode ser encontrado tanto em solução aquosa como na forma sólida, sendo utilizado em diversos processos e produtos industriais. Segundo Chaves (2020) os silicatos de sódios comerciais apresentam características vítreas, incolores e transparentes, e dissolvem-se em água. A autora completa que, na indústria da construção civil, o silicato de sódio é utilizado na fabricação de impermeabilizantes aplicados a estruturas, como aditivo para acelerar a cura do cimento, na fabricação de divisórias de paredes e portas corta fogo e além disso, é empregado como ativador para a produção de materiais álcali ativados.

Em relação à utilização do silicato de sódio como ativador, Chaves (2020) afirma que estudos descrevem a formação de géis mais ricos em silício e mais geopolimerizados, apresentando uma microestrutura mais compacta e menos porosa, melhorando as características estruturais e o desempenho mecânico dos geopolímeros formados. Porém, o excesso de silicato no sistema pode reduzir a resistência mecânica, pelo fato de reduzir a evaporação de água e dificultar a formação da estrutura geopolimérica (EDUOK, 2016). Além de reduzir o pH, aumentar a viscosidade da dissolução e gerar grande retrações nas amostras.

Turner and Collins (2013) ressaltam que o processo de produção de vários ativadores alcalinos também contribui para a geração de CO_2 , considerando a energia consumida em seus processos de fabricação. Por exemplo, durante a síntese do silicato de sódio tradicional, a emissão de CO_2 é estimada em 1,5 kg de CO_2 por kg de silicato de sódio (TCHAKOUTÉ *et al.*, 2016). Sendo assim, o ativador é normalmente preparado com reagentes comerciais de primeira linha, o que aumenta significativamente os custos financeiros e dilui severamente as vantagens ambientais iniciais, devido à alta liberação durante a produção dos reagentes (CRISTELO *et al.*, 2015). Assim, desenvolve-se pesquisas a fim de sintetizar silicato de sódio menos agressivos ambientalmente, aplicando fontes alternativas de sílica para substituir matérias-primas naturais (por exemplo, areia) (BERNAL *et al.* 2015; MORAES *et al.* 2018). Um exemplo desta aplicação, reside na utilização de resíduos de mineração arenosos, consequentes da atividade de extração e produção do silicato de sódio a partir destes materiais. Desta forma, fontes alternativas de sílica para a sintetização de silicato de sódio atraente.

Tanto os cátions quanto os ânions da solução alcalina desempenham um papel no processo de ativação, assim como a natureza do ativador. Os mecanismos de reação para a dissolução do precursor sólido dependem principalmente de sua composição e, mais especificamente, do teor de cálcio disponível presente no precursor. Desta maneira, conhecer o comportamento do material precursor é de suma importância afim de definir precisamente a qualidade do ligante álcali ativado.

2.6.6 Precursores

Conforme Duxson e Provis (2008) e Pacheco-Torgal *et al.* (2015), em teoria, quaisquer materiais que contenham em sua composição predominantemente alumínio e silício podem ser utilizados como fonte precursora para a geopolimerização. Entretanto, a seleção de um material com as características ideais depende do tipo de aplicação desejada. É importante salientar que a reatividade destes materiais depende de diversos fatores, como: teor de material amorfo, superfície específica do material, teor de fase vítrea e tamanho de partícula (DUXSON *et al.*, 2007).

Duxson *et al.* (2005) afirmam que uma das fontes mais puras de aluminossilicatos é o metacaulim, formado através da calcinação da caulinita. Davidovits (1999) classificou os materiais álcali ativados através da relação entre sílica e alumina presente nos materiais, conforme a elucidação apresentada na Figura 2.9.



Figura 2.9- Quadro Geral de aplicações de acordo com a relação Si/Al (Davidovits, 1999 apud Silva, 2019)

Por se tratar do precursor utilizado nesta pesquisa, será abordado com maior empenho o precursor metacaulim. Segundo Li *et al.* (2010), o metacaulim é um material aluminossilicato termicamente ativado, sendo gerado pela calcinação de argilas cauliníticas em temperaturas entre 650°C a 800°C. Comumente, é um material com alta atividade pozolânica e a temperatura para calcinação depende da pureza e cristalinidade das argilas. Dal Molin (2005) acrescenta que, outra fonte de obtenção do metacaulim é a partir do tratamento de resíduos da indústria de papel, constituído basicamente de um caulim beneficiado de extrema finura, brancura e pureza.

Segundo Davidovits (1994), com a transformação do caulim em metacaulim, o material se torna muito mais reativo e com propriedades pozolânicas. Além disso, o produto obtido pode ter diferentes graus de finura, superfície específica e apresentar colorações variadas. Entretanto, o autor ressalta que essas características dependem da composição química e mineralógica do caulim de base.

Weng *et al.* (2002), Swaddle (2001) e Silva (2007) definem que, por se tratar de um sistema com baixo teor de cálcio, as reações de dissolução, hidrólise e condensação do metacaulim convencional são, respectivamente:

 $Al_{2}O_{3}+3H_{2}O+2OH^{-}\rightarrow 2[Al(OH)_{4}]^{-}$ $SiO_{2}+H_{2}O+OH^{-}\rightarrow [SiO(OH)_{3}]^{-}$ $SiO_{2}+2OH^{-}\rightarrow [SiO_{2}(OH)_{2}]^{2^{-}}$

A condensação pode ocorrer entre aluminatos e silicatos ou silicatos e silicatos, dependendo da concentração de Si no sistema. Com misturas com baixas relações Si/Al (i.e. 1), a condensação ocorre predominantemente entre aluminatos e silicatos, resultando principalmente em estruturas de polímeros poli (sialato). Entretanto, quando a razão Si/Al aumenta (>1), as espécies de silicato formadas como resultado da hidrólise do SiO_2 , tendem a condensar entre si para formar silicatos oligoméricos. Estes silicatos oligoméricos, por sua vez, condensam-se com $Al(OH)_4^{-4}$, formando uma rígida rede 3D de estruturas polímeras (WENG *et al.*, 2002; ANSEAU *et al.*, 2005; NORTH, SWADDLE, 2000). Visto que a composição e a reatividade das matérias-primas desempenham um papel importante no controle da química dos geopolímeros resultantes e, portanto, nas propriedades, a dosagem e concentração do ativador devem ser selecionados conforme o material utilizado (VAN JAARSVELD *et al.*, 2002).

Silva *et al.* (2007) pontuam que, de maneira geral, o metacaulim é uma boa fonte de $Al_2O_3 e SiO_2 e$ é altamente reativo com ativadores alcalinos, e, portanto, pode ser usado na

compreensão dos fundamentos da álcali ativação. Os efeitos das relações iniciais de SiO_2/Al_2O_3 sobre a resistência compressiva e a microestrutura dos sistemas de metacaulim ativados por alcalinos foram relatados por vários autores (ROWLES *et al.*, 2003; DUXSON *et al.*, 2005; FLETCHER *et al.*,2005; STEVENSON *et al.*, 2005). Segundo os mesmos, normalmente, são observadas melhores propriedades de resistência para misturas com as relações SiO_2/Al_2O_3 na faixa de 3,0-3,8. Espera-se que essas proporções iniciais mudem quando materiais diferentes do metacaulim ou de diferentes origens, são utilizados como a fonte Al_2O_3 e SiO_2 (DUXSON *et al.*, 2005; STEVENSON *et al.*, 2005).

Além disso, Frías *et al.* (2006) pontuam que além do alto consumo energético, a obtenção natural de caulim tem algumas desvantagens técnicas, econômicas e sociais. Entretanto, é possível mitigar os impactos ambientais da fabricação do metacaulim, Gimenez-Garcia *et al.* (2016) indicam o uso de outra fonte baseada em resíduos de argila à base de caulinita, como os encontrados no estéril da mineração.

Nesse contexto, a utilização de ativadores e precursores alternativos mostram-se opções viáveis de execução, como mostra Saldanha *et al.* (2022), que avaliaram os impactos ambientais a partir da análise de ciclo de vida de um potencial ligante alternativo para empilhamento a seco de resíduos. Este ligante composto por um pó de silicato de sódio (ativador), obtido por meio de técnica alternativa de produção, e metacaulim, produzido com estéril de mineração. Os autores concluíram que o ligante alternativo é uma alternativa ambientalmente sustentável para estabilização de resíduos de ferro em comparação com ligantes alcalinos convencionais.

Por fim, Pinto (2004) alerta que como cada material possui suas particularidades e composições especificas é imprescindível o conhecimento da composição química dos elementos de partida, para que seja possível estimar a composição que otimize os resultados. Além disso, o ativador alcalino pode se apresentar em diferentes estados, sólido ou aquoso, neste contexto a próxima subseção pontua a influência e vantagens desses diferentes estados.

2.6.7 Método One-part

Inicialmente, os materiais álcali ativados eram produzidos pelo processo conhecido como *Two part mix*. Este processo consiste em preparar soluções alcalinas com elevado pH, como NaOH e KOH de concentrações na ordem de 8 ou 10 mol/L (BELMOKHTAR *et al.*, 2017; LIZCANO *et al.*, 2012). A principal vantagem desta técnica é que fontes complementares de sílica diluída, como soluções de silicatos de sódio ou de potássio, podem ser adicionadas à solução alcalina. Isto permite a formação de uma microestrutura densa e com ganhos

significativos de resistência mecânica em poucas horas de cura (DUXSON *et al.*, 2005; GAO *et al.*, 2014; LIZCANO *et al.*, 2012).

Por outro lado, o caráter corrosivo dessas soluções exige cuidados tanto no manejo quanto no descarte de resíduos ao meio ambiente. Ademais, a produção em larga escala destes ativadores pode gerar impactos ambientais significativos, o que comprometeria o uso em grandes quantidades de materiais álcali ativados como uma alternativa ecoeficiente ao cimento Portland (PROVIS, 2018). Outras adversidades como a inconveniência de lidar com soluções cáusticas, a baixa trabalhabilidade, o comprometimento do controle de qualidade e problemas de eflorescência, problematizam o método *Two part mix* (PROVIS e DEVENTER, 2009).

Uma alternativa para superar estas desvantagens é o uso de ativadores alcalinos no estado sólido, evitando o uso das soluções corrosivas, em um processo conhecido como *One part mix*. O uso de precursores de baixa reatividade química, como caulim de baixa pureza ou argilas cauliniticas, e ativadores alcalinos no estado sólido (sobretudo hidróxidos, silicatos ou carbonatos de sódio e potássio) tem sido estudada neste método (KOLOUŠEK *et al.*, 2007; PENG *et al.*, 2015). Essa mistura entre percursor e ativador alcalino sólido sofre tratamento térmico em temperaturas suficientes para a desidroxilação do caulim (formação de metacaulim) e eventual decomposição do ativador alcalino. Em seguida, adiciona-se água, o que permite a diluição dos álcalis e a formação e endurecimento do gel aluminossilicato (LUUKKONEN *et al.*, 2018). A utilização do método *One part mix* tem sido alvo de pesquisas de diversos autores (KOLOUSEK *et al.* (2007), YANG *et al.* (2008, 2009), HAJIMOHAMMADI *et al.* (2008, 2011), O'CONNOR e MACKENZIE (2010), FENG *et al.* (2012), YE *et al.* (2016), MATALKAH *et al.* (2017)) e mostra-se uma opção eficiente no combate dos desafios supracitados. Sendo assim, é a técnica escolhida para o desenvolvimento da presente pesquisa.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo encontra-se o programa experimental definido para a pesquisa, assim como a descrição dos materiais e as metodologias utilizadas. Além disso, realiza-se um detalhamento de cada uma das etapas do estudo e as escolhas de projeto.

3.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Com relação ao método do programa experimental, o mesmo foi dividido em etapas, especificadas na próxima subseção.

3.1.1 Etapas do Programa Experimental

O método do programa experimental foi organizado em três fases distintas sintetizadas de acordo com a Tabela 3.1.

Fases	Materiais analisados	Procedimentos
		Espectrometria de fluorescência de raios-X
Ι	Resíduo de mineração	Difratometria de raios-X
Preparação e caracterização dos materiais	de ferro, metacaulim e silicato de sódio alternativos	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)
		Análise granulométrica
		Peso específico real dos grãos
II Estudo da interação resíduo/ligante	Sistema resíduo de mineração de ferro, metacaulim e silicato de sódio alternativos	Resistência a compressão simples
III	Resíduo de mineração	Ensaios simple shear
Estudo do comportamento geomecânico do resíduo estabilizado	silicato de sódio alternativos	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Tabela 3.1- Programa Experimental

Fonte: Autora (2022).

A fase I do programa experimental, consiste na realização de ensaios de caracterização dos materiais da pesquisa. Foram realizadas análise granulométrica, definição de massa específica real dos grãos, assim como a análise química dos materiais (Espectrometria de Fluorescência de Raios-X e Difratometria de Raios-X). Além disso, foi realizado microscopia eletrônica de varredura (MEV) nos materiais. Estes ensaios foram realizados previamente as demais fases, a fim de obter o maior banco de dados e características acerca dos materiais utilizados.

A fase II, consiste em ensaios de compressão simples do resíduo com cimento álcaliativado, com diferentes relações de precursor-ativador, a fim de obter a relação entre o precursor e ativador. A Tabela 3.2 apresenta as variáveis utilizadas.

Tipos dos fatores	Fatores	Nível dos fatores	
Fator controlável	Relação metacaulim-silicato de sódio (MK/SS)	0,80; 0,90; 1,03; 1,21; 1,46; 1,84.	
Peso esp. aparente seco		19 kN/m ³	
	Quantidade de agente cimentante	5%	
	Tempo de cura	7 dias	
Fatores constantes	Teor de umidade	13%	
	Temperatura de cura	23 °C	
	Precursor	Metacaulim (MK)	
	Ativador alcalino	Silicato de sódio (SS)	

Fonte: Elaborado pela Autora.

Para a fase II, a fim de fixar uma relação metacaulim-silicato de sódio na pesquisa, executaram-se diferentes relações de MK/SS no sistema resíduo ligante. De modo a avaliar as relações MK/SS, foram estudadas relações metacaulim-silicato de sódio de 1/0,54 até 1/1,39 (1,84 até 0,72), os incrementos graduais foram de 14% para todas as misturas. Os valores iniciaram na proporção 1/0,54 por se tratar a relação anteriormente estudada e estabelecida por Vogt (2022), os incrementos de 14% foram arbitrados, de modo a considerar uma margem coerente para a investigação. Além disso, optou-se por fixar a temperatura em 23°C, para ser fiel à ambiente. Por fim, com base na otimização de resistência ocasionada pelo processo de álcali-ativação, a análise do tempo de cura foi fixada em sete dias. Foram utilizados os valores ótimos de peso específico aparente seco (19 kN/m³) e de umidade (13%), baseado no ensaio de

compactação apresentado na Figura 3.3. Para os ensaios de compressão simples (Fase II) foi adotada a proporção de 5% de cimento alternativo, essa escolha se deu por se tratar do maior valor adotado na pesquisa e consequentemente à proporção que mais inclui finos na amostra. Em conclusão, os corpos de provas foram ensaiados a compressão simples e a definição do fator controlável se deu pelo corpo de prova que apresentou a maior resistência à compressão simples. Todos os ensaios foram realizados em duplicata, de forma a reduzir possíveis erros.

Em relação a escolha da quantidade máxima de cimento álcali ativado nesta pesquisa, se faz inicialmente a consulta a M145 (AASHTO, 1973), o valor indicado para investigação de solo cimento por esse manual é de 7%. Diante deste montante, optou-se por reduzir o valor máximo a 5%, e estudar na Fase III um ramo de 1, 3 e 5% de cimento alternativo. Desta forma é possível economizar recursos, reduzir custo de aplicação em campo e permitir que a quantidade de produção dos subprodutos da mineração (metacaulim e silicato de sódio) sejam suficientes para a estabilização em grande porte. A fase III do programa experimental, consiste em ensaios no equipamento simple shear sem quantidade de cimento alternativos e com quantidades variantes de ligante álcali ativado definidas. A Tabela 3.3 apresenta a delimitação de ensaios da fase III.

Peso específico aparente seco	CAA	Tensão confinante efetiva
17 KN/m³	0. 1. 3 e 5 %	50, 100, 150kPa
19 KN/m³	-, ,	,,

Tabela 3.3- Fase III: Delimitação dos ensaios simple shear

Fonte: Elaborado pela Autora

Para a Fase III, foram definidas três tensões vertical efetivas para os ensaios monotônicos, para que juntas pudessem definir a envoltória de resistência do material. As tensões horizontais efetivas iniciais (σ_{vi}) para os ensaios monotônicos foram de 50 kPa, 100 kPa e 150 kPa. Esses valores foram escolhidos de acordo com os resultados de compressão simples obtidos, de forma a manter uma margem ampla de tensões e evitar a quebra da cimentação dos corpos de provas cimentados. Esta decisão foi tomada de acordo com diversos autores (AIREY,1993; GENS; NOVA,1993; SCHNAID et al., 2001, PRIETTO, 2004) que pontuam que a resistência a compressão simples pode ser utilizada como parâmetro de referência na avaliação do grau de cimentação e de seus efeitos sobre o comportamento geotécnico de materiais cimentados. Os valores de peso específico aparente seco de 17 e 19

Helena Portela Farenzena (helenapfarenzena@gmail.com). Dissertação de Mestrado. PPGEC/UFRGS. 2023.

kN/m³ foram adotados, a fim de estudar o comportamento do material tanto num estado de compacidade menor e maior. Os corpos de provas para esta investigação utilizaram 13% de umidade, sendo este valor a umidade ótima de acordo com a curva de compactação em energia Proctor normal. Em resumo, o valor de tensão efetiva inicial de 50, 100 e 150 kPa foi aplicado ao resíduo de mineração com 0, 1, 3 e 5% de cimento álcali ativado, também, em duas condições de peso específico aparente seco, 17 e 19 KN/m³, respectivamente.

3.2 MATERIAIS

Os materiais utilizados no estudo são divididos em: material geotécnico (resíduo de minério de ferro); precursor do ligante alternativo (metacaulim); ativador alcalino (silicato de sódio).

3.2.1 Resíduo de Minério de Ferro

O resíduo de minério de ferro (RMF) utilizado é filtrado e gerado na cadeia produtiva de obtenção do minério de ferro, oriunda do estado de Minas Gerais, Brasil. O local de extração, lavra e tratamento do resíduo está localizado no Quadrilátero Ferrífero. Para o estudo, o material foi recebido no Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). O mesmo foi submetido ao procedimento de secagem em estufa com temperatura de 100°C por 48 horas. Posteriormente, dispôs-se o resíduo em sacos herméticos, armazenando-os em local seco, a fim de evitar ganho de umidade e/ou contaminação por outros materiais. A escolha do resíduo de minério de ferro (Figura 3.1) para a presente pesquisa se deu devido a grande quantidade produzida anualmente deste material.



Figura 3.1- Resíduo de minério de ferro utilizado.

A curva granulométrica RMF é apresentada na Figura 3.2. As características físicas do RMF são explicitadas na Tabela 3.4, com resultados de peso específico real dos grãos, de frações granulométricas do material e de limites de liquidez e plasticidade.



Figura 3.2- Curva granulométrica do RMF.

Propriedade	Limites	Resultado	Referência
Areia grossa	0,6≤D<2 mm	-	
Areia média	0,2≤D<0,6 mm	11 %	NBR 6502 (ABNT,
Areia fina	0,06≤D<0,2 mm	60 %	1995)
Silte	0,002≤D<0,06 mm	23 %	NBR 7181 (ABNT, 2016)
Argila	D<0,002 mm	6%	-
Peso específico real dos grãos	-	29,2 kN/m³	NBR 6458 (ABNT,2016)
Limite de liquidez	-	-	NBR 6459 (ABNT, 2017)
Limite de plasticidade	-	-	NBR 7180 (ABNT,2016)
Índice de plasticidade	-	Não plástico	
Classificação SUCS	-	Areia siltosa (SM)	D7928 (ASTM,2017)
Classificação AASHTO	-	Silte não plástico (A4)	M145 (AASHTO, 1973)
Classificação por MCLeod e Bjelkevik	-	Resíduos granulares (CT)	ICOLD (2017)

Tabela 3.4- Características físicas do RMF.

Fonte: Elaborado pela Autora.

Tomando como referência a classificação estabelecida por McLeod e Bjelkevik (2017), conforme a Tabela 2.1 e a Figura 2.4, o material apresenta, predominantemente, granulometria de um resíduo granular (coarse tailings – CT). De acordo com os autores, o resíduo tem comportamento similar a uma areia siltosa não plástica, em consonância ao constatado pelos ensaios de limites de Atterberg. Em relação ao peso específico real dos grãos do RMF, verifica-se um valor similar aos encontrados na literatura (Tabela 2.2).

A Figura 3.3 apresenta os resultados do ensaio Proctor normal de compactação para o RMF. Essa energia de compactação foi escolhida como base para este trabalho, devido a maior facilidade de replicabilidade em campo, visto que exige maquinários menos pesados, diminuindo os custos atrelados aos equipamentos de compactação. Não foi realizado o ensaio Proctor do resíduo com cimento álcali ativado, devido limitações referentes a quantidade de material disponível; sabe-se que existe uma tendência a redução de peso específico seco e aumento da umidade à medida que se aumenta a quantidade de finos da mistura (BRUSCHI, 2020; SANTOS, 2021). Entretanto, Rotta et al (2003) mostraram que corpos de prova,

submetidos a cura sob tensão, com adição de cimento se comportaram de forma semelhante aos de referência não cimentado, independentemente do teor de cimento. Isso sustenta a suposição de que as ligações cimentícias foram formadas somente após a consolidação inicial das amostras, e indica que qualquer influência da alteração de classificação devido à adição de cimento, até baixos valores de adição de cimento, tiveram efeitos insignificantes sobre os dados. Os autores ressaltam que esta proposição é aplicada para materiais geotécnicos que apresentam silte em sua composição. A Tabela 3.5 apresenta os valores indicados para a energia normal encontrada nesta pesquisa comparativamente a literatura.



Figura 3.3 - Ensaio Proctor energia normal de compactação do RMF.

ENERGIA PROCTOR NORMAL			
Autores	Peso específico aparente máximo (kN/m³)	Teor de umidade ótimo (%)	
Nesta pesquisa	18,7	12,77	
Motta (2008)	21,6	11,8	
Oliveira (2013)	20,3	11,6	
Souza (2020)	28,8	9,7	
Gentil (2020)	17,5	15,6	
Dutra (2021)	21,4	11,4	
Mafessoli (2022)	19,2	11,2	

Tabela 3.5- Ensaio Proctor de energia normal de compactação do RMF: presente pesquisa e literatura.

Fonte: Elaborada pela Autora.

É possível concluir que os valores de pesos específico aparente máximo e teor de umidade ótimo apresentados encontram-se dentro do escopo encontrado na literatura. Além disso, já que o RMF não se caracteriza como um material geotécnico convencional, existe o interesse em compreender as características químicas, físicas e mineralógicas do material.

Desta maneira, a seguir são apresentados resultados de ensaios de fluorescência de raios-X e difratograma de raios-X. A Tabela 3.6 apresenta a composição química percentual do RMF obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X. O material é constituído majoritariamente por teores de óxidos de silício, ferro e alumínio, nesta ordem de magnitude. Por se tratar de um RMF, altas concentrações de sílica, oxido férrico e oxido de alumínio podem estar relacionadas a presença de minerais do tipo quartzo e feldspato. O óxido de silício e de alumínio são os principais formadores de silicatos. Já o óxido férrico e oxido de titânio estão, provavelmente, relacionados a minerais gerados a partir da formação ferrífera (KLEIN & HURLBUT, 1993).

Fórmula	Concentração	Fórmula	Concentração
SiO ₂	69,84%	MgO	0,40%
Fe ₂ O ₃	22,02%	K ₂ O	0,23%
Al_2O_3	6,26%	TiO ₂	0,10%
MnO	0,46%	SO ₃	0,07%
P_2O_5	0,44%		

Tabela 3.6- Composição química percentual do RMF obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X.

Fonte: Elaborado pela Autora.

Na Figura 3.4 apresenta-se o gráfico difratograma de raios-x para o RMF. O difratograma evidencia a natureza cristalina, com inúmeros picos e sem visão evidente de um halo de amorfização. Além disso, é possível notar a presença de três minerais principais na composição do material, sendo eles o quartzo, hematita e caulinita. A presença das fases quartzo, hematita e caulinita, já eram esperadas por se tratar de amostras de resíduos da mineração do ferro. O resultado apresentado na Tabela 3.6 é confirmada pelo DRX, uma vez que foi encontrado óxido de ferro relacionado aos picos de hematita, oxido de alumínio relacionado a caulinita e oxido de silício, presentes no quartzo e na caulinita.



Figura 3.4 - Difratometria de raios-X do resíduo de minério de ferro

Ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS) foram realizadas no RMF a fim de que se pudesse avaliar a morfologia e a composição química das partículas que o compõem. Nesse sentido, a Figura 3.5 apresenta a imagem de MEV, para ampliações de 100, 500, 1.000, 2.000 e 5.000 vezes, e a Figura 3.6 expõem os resultados de EDS contendo a composição química do RMF. Além disso, a preparação da amostra deu-se através de metalização com ouro a fim de que uma visualização mais nítida dos grãos fosse possível.







(b)



 det
 HV
 mag = spot
 WD

 ETD
 20.00 kV 2 000 x 4.0
 11.6 mm

(d)





Figura 3.5 - Imagem de MEV do RMF ampliada (a) 100 vezes (b) 500 vezes (c) 1.000 vezes (d) 2.000 vezes e (e) 5.000 vezes.

Das imagens de MEV, nota-se que o RMF estudado é formado, em geral, por partículas de formas angulares, com a superfície aparentemente rugosa. Um comportamento semelhante foi encontrado por Zhao et al. (2013). Ilações acerca da distribuição e tamanho dos poros não podem ser feitas, pois o material ensaiado não se encontrava em seu estado natural, isto é, não estava intacto.

A avaliação semiquantitativa realizada por EDS (Figura 3.6) verifica como elementos majoritários ferro, silício e oxigênio, com menores teores de alumínio e carbono. Tal análise condiz com a composição química percentual observada no espectrograma de fluorescência de raios-X, indicado na Tabela 3.6 e com a mineralogia do resíduo verificada na difratometria de raios-X, ilustrada na Figura 3.4. A Figura 3.5c permite observar a presença de partícula de rocha britada (área 1) e de minério de ferro não beneficiado (área 2). Esta afirmação tem apoio nos percentuais de massa dos elementos verificados através da detecção de energia dispersiva, identificando elevados picos de silício e oxigênio na primeira análise (Figura 3.6 a) e elevados picos de ferro e oxigênio na segunda análise (Figura 3.6 b).



Figura 3.6 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas do RMF na (a) área 1 e (b) área 2.

3.2.2 Metacaulim

O metacaulim (MK) utilizado é um material gerado na cadeia produtiva de obtenção do minério de ferro, oriunda do estado de Minas Gerais, Brasil. Para o estudo, o material foi recebido no Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). O material apresentava-se em perfeito estado para uso e fora disposto em sacos herméticos, armazenando-os em local seco, a fim de evitar ganho de umidade e/ou contaminação por outros materiais. A escolha deste MK (Figura 3.7), para a presente pesquisa, deu-se devido ao interesse de estudar a possibilidade de uso de um subproduto dos processos de beneficiamento de minério para estabilização de resíduos de mineração. A obtenção deste MK deu-se pela calcinação do estéril proveniente do processo de mineração de ferro a uma temperatura controlada de 800°C. Esses estéreis de mineração são normalmente usados para preencher a mina após a exaustão do processo de extração de minério.





A Tabela 3.7 ilustra a composição química percentual do MK obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X. O material é constituído majoritariamente por teores de óxidos de silício e alumínio, nesta ordem de magnitude. Conforme as normas ABNT NBR 12653 (2015) e ASTM C618 (2019), os materiais podem ser classificados como pozolânicos quando apresentarem um somatório entre SiO₂, Al₂O₃ e Fe₂O₃ maior que 70%, um teor de SiO₂ maior que 40%, teor de CaO menor que 10%, SiO₃ menor que 3% e a soma de Na_2O e K_2 menor que 3%. Com exceção dos elementos SiO₃ e K_2 que não foram detectadas na amostra, os demais parâmetros foram alcançados pelo MK, classificando-o como material pozolânico.

Fórmula	Concentração	Fórmula	Concentração
SiO ₂	48,99%	Р	0,107%
Al_2O_3	40,80%	TiO ₂	0,082%
CaO	2,74%	Na ₂ O	0,045%
MgO	0,48%	PPC	0,082%
K ₂ 0	0,36%	Mn	0,004%
Fe	0,18%		

Tabela 3.7- Composição química percentual do MK obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X

Fonte: Elaborado pela Autora.

Na Figura 3.8 apresenta-se o gráfico do ensaio de difratograma de raios-x do MK em estudo. O difratograma evidencia a natureza semicristalina, com alguns picos e um halo de amorfização aparente entre os 20 e 30 graus. Além disso, é possível identificar a existência de picos cristalinos, ocasionados devido a presença de três minerais principais na composição do material, sendo eles o quartzo, moscovita e hematita. A presença de quartzo, pode estar atrelada as impurezas contidas no caulim residual (PHAIR & VAN DEVENTER, 2002; KUENZEL *et al.*, 2013; SORE *et al.*, 2016 e SANTA, *et al.*, 2016). Além disso, Boschi *et al.* (2016) pontuam que a presença de algumas fases cristalinas como a de moscovita e quartzo no metacaulim podem afetar a reatividade na álcali ativação.



Figura 3.8 - Difratometria de raios-X do MK.

Ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS) foram realizadas no MK a fim de que se pudesse avaliar o formato, o arranjo e a composição química das partículas que o compõem. Nesse sentido, a Figura 3.9 apresenta a imagem de MEV, para ampliações de 100, 500, 1.000, 2.000 e 5.000 vezes, e a Figura 3.10 expõem os resultados de EDS contendo a composição química do MK. Além disso, a preparação da amostra deu-se através de metalização com ouro a fim de que uma visualização mais nítida dos grãos fosse possível.






(c)



(d)





Figura 3.9 - Imagem de MEV do MK ampliada (a) 100 vezes (b) 500 vezes (c) 1.000 vezes (d) 2.000 vezes e (e) 5.000 vezes.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

Das imagens de MEV, nota-se que as partículas de metacaulim (Figura 3.9) são de formas planas, e existem indícios que a calcinação torna as partículas menos volumosas e hexagonais. Esse comportamento é corroborado por He et al. (2012) que completam que tal característica é contrário à de cristais de caulinita, normalmente bem cristalizados. Além disso, o conhecimento da micromorfologia das matérias-primas pode auxiliar na identificação das fases não reativa e/ou não reagida presentes no ligante álcali ativado.

A avaliação semiquantitativa realizada por EDS verifica como elementos majoritários alumínio, silício e oxigênio, com menores teores de cálcio e ferro. Tal análise condiz com a composição química percentual observada no espectrograma de fluorescência de raios-X, indicado na Tabela 3.7 e com a mineralogia do resíduo verificada na difratometria de raios-X, ilustrada na Figura 3.8. A Figura 3.9e permite observar a presença de partícula de metacaulim padrão (área 3), da partícula de metacaulim com resquícios de minerais ferrosos (área 4) e de uma partícula rica em cálcio (área 5). Esta afirmação tem apoio nos percentuais de massa dos elementos verificados através da detecção de energia dispersiva, identificando elevados picos de silício e alumínio na análise da área 3 (Figura 3.10a), elevados picos de silício e alumínio com presença de ferro na área 4 (Figura 3.10b) e elevado pico de cálcio e oxigênio na área 5 (Figura 3.10c).





Figura 3.10 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas do MK na (a) área 3, (b) área 4 e (c) área 5.

3.2.3 Silicato de Sódio

O silicato de sódio (SS) utilizado é um material gerado na cadeia produtiva de obtenção do minério de ferro, oriunda do estado de Minas Gerais, Brasil. Para o estudo, o material foi recebido no Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). O material apresentava-se em perfeito estado para uso e fora disposto em sacos herméticos, armazenando-os em local seco, a fim de evitar ganho de umidade e/ou contaminação por outros materiais. O silicato de sódio foi produzido através do tratamento do quartzo que compõe o resíduo. O quartzo é originado no processo de flotação utilizado para a separação do concentrado de ferro e é alocado para o armazenamento na barragem como resíduo de minério de ferro. O processo produtivo do material seguiu a metodologia de Chamon e Lameiras (2019), sendo inicialmente os resíduos arenosos misturados com hidróxido de sódio (1:1) e água. Em seguida, após uma homogeneização de 5 min, a mistura foi colocada em forno elétrico e aquecida a uma temperatura de 450°C por 2,5 horas. A escolha do SS (Figura 3.11), para a presente pesquisa, deu-se devido ao interesse de estudar a possibilidade de uso de um subproduto dos processos de beneficiamento de minério para estabilização de resíduos de mineração.



Figura 3.11- Silicato de Sódio utilizado nesta pesquisa.

A Tabela 3.8 ilustra a composição química percentual do SS obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X. Os ensaios de FRX indicam a existência de: sódio (51,7%), silício (42,05%), ferro (4,42%) e outros oligoelementos em pequena quantidade (< 1%). A alta presença de oxido de sódio possivelmente está atrelada a presença dos minerais carbonato de sódio e silicato de sódio, ambos detectados na análise de DRX apresentada a seguir.

Tabela 3.8-Composição química percentual do SS obtida a partir do espectrograma de fluorescência de raios-X

Fórmula	Concentração	Fórmula	Concentração
Na ₂ O	51,70%	Al_2O_3	0,64%
SiO ₂	42,05%	<i>K</i> ₂ <i>O</i>	0,31%
<i>Fe</i> ₂ <i>O</i> ₃	4,42%		
Cl	0,78%		

Fonte: Elaborada pela Autora.

Além disso, os resultados do teste de DRX confirmam, pela alta intensidade dos picos característicos na Figura 3.12, que o SS é composto principalmente de cristais de silicato de sódio (Na₂SiO₃) e quartzo (SiO₂) com pequenas quantidades de carbonato de sódio (Na₂CO₃) e hematita (Fe₂O₃). Quando comparado com o silicato comercial, é possível observar uma maior presença de óxido de sódio, provavelmente atrelada ao processo de obtenção do material. Segundo Klein & Hurlbut (1993) a presença de carbonato de sódio pode influenciar na cor do composto, impactando em materiais mais esverdeados (Figura 3.11). A presença de hematita

pode ser confirmada tanto pelo FRX, quanto pelo DRX, entretanto outro elemento que corrobora a existência deste composto são partículas avermelhados no silicato de sódio (Figura 3.11) (KLEIN & HURLBUT, 1993).



Figura 3.12 - Difratometria de raios-X do silicato de sódio

3.3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Serão apresentados os procedimentos experimentais adotados aos ensaios propostos no programa experimental. Para as normativas nacionais e/ou internacionais não será efetuada uma descrição detalhada, já que tais documentos já fazem tal processo com justeza. Para os demais estudos, baseados em trabalhos diversos da literatura, será realizada a descrição e justificativa completa da técnica adotada.

3.3.1 Espectrometria de Fluorescência de raios-X (FRX)

As análises foram realizadas no Centro Tecnológico de Pedras, Gemas e Joias do RS. Para as análises destas amostras, foram criadas pastilhas em pó do material misturada com o aditivo Wax Panalytical®, nas proporções médias de nove gramas de pó e uma grama de aditivo. As pastilhas foram confeccionadas com auxílio da Prensa Manual Fluxana a 25 ton. Após esta etapa, as pastilhas foram dispostas em um acondicionador de amostra padronizado, sendo utilizado para as análises o método Equa_Oxides na programação do equipamento de Fluorescência de raios-X. Para obtenção da análise química semiquantitativa, o espectro gerado a partir da amostra foi avaliado pelo *software* Spectra EDX sem curva de calibração específica.

3.3.2 Difratometria de raios-X (DRX)

As análises foram realizadas no Centro Tecnológico de Pedras, Gemas e Joias do RS. O ensaio de difração de raio-X, realizado com um Difratômetro de Raio X modelo D2 PHASER da Bruker. Os minerais e/ou fases cristalinas foram identificados por meio da medida das distâncias interplanares e das intensidades relativas dos picos nos difratogramas. Posteriormente, os dados são tratamos no *software* Diffrac.eva.

O conjunto de estrutura, eletrônica e software asseguram fácil adaptação a aplicação no campo da difração de raios-X do pó, sendo um método amplamente empregado para investigação, caracterização e controle de qualidade de materiais. Para identificação dos minerais e/ou fases cristalinas aplica-se um intervalo de posição angular (20) de 5 a 70°.

3.3.3 Análise granulométrica

O procedimento de análise granulométrica do resíduo de minério de ferro dividiu-se no processo de peneiramento e sedimentação, seguindo especificações da NBR 7181 (ABNT, 2016).

3.3.4 Peso específico real dos grãos

O ensaio para determinação do peso específico real dos grãos para o resíduo de minério de ferro foi realizado seguindo os procedimentos da NBR 6458 (ABNT, 2016).

3.3.5 Ensaio de compactação

O ensaio de compactação foi executado de acordo com os procedimentos da NBR 7182 (ABNT, 2020). A análise objetiva a verificação dos parâmetros de umidade ótima (ω ot) e peso específico aparente seco máximo ($\gamma_{dmáx}$) para a energia normal.

3.3.6 Limites de consistência

Na presente pesquisa, a determinação dos limites de consistência foi realizada conforme os procedimentos e recomendações das normativas NBR 6459 (ABNT, 2017a) e NBR 7180 (ABNT, 2016).

3.3.7 Preparação das amostras

A preparação das amostras dos materiais da presente pesquisa (secagem, destorroamento e peneiramento) para os ensaios de caracterização e para moldagem dos corpos de prova foi realizada conforme preconizado pela NBR 12025 (ABNT, 2012).

3.3.8 Ensaio de Resistência à Compressão Simples

Para os ensaios de resistência a compressão simples utilizou-se uma prensa automática com uma célula de carga com capacidade máxima de 10 kN. O ensaio foi realizado de acordo com o estabelecido na norma americana D 5102 (ASTM, 2009), por deslocamento controlado a uma taxa constante de 1,14 mm/min. Ademais, estipulou-se como critério de aceitação que os corpos de prova ensaiados que obtivessem resistências superior ou inferior a 10% da média do conjunto (duplicata), seriam descartados e o processo de moldagem refeito.

3.3.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia por energia dispersiva (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada a fim de avaliar a microestrutura dos produtos de reação do cimento alternativo utilizado neste estudo, com o intuito de avaliar o progresso dessas reações. Os ensaios MEV-EDS foram realizados no Laboratório Central de Microscopia e Microanálise (LabCEMM) da PUCRS. A técnica MEV permite observar e caracterizar a superfície (análise morfológica) em escala manométrica de um material sólido, pois produz imagens de alta ampliação e resolução através da varredura da superfície do material com feixe de elétrons irradiados (LOTERO, 2020). Geralmente esta técnica é complementada pela utilização da análise EDS. Conforme Lotero (2020), o ensaio baseia-se em um detector de raios-x característico, o qual emite linhas típicas correspondentes a cada elemento da tabela periódica. Desta forma, com a identificação de cada pico formado e sua intensidade é possível determinar os elementos presentes no material, por análise específica ou com um mapeamento composicional total da amostra (LOTERO, 2020).

3.3.10 Ensaio simple shear

O ensaio *simple shear* é conhecido como o ensaio laboratorial que permite a rotação das tensões principais e submete uma amostra de solo a condições planas de deformação, enquanto o volume da amostra é mantido constante. De maneira a contextualizar, como já explanado, o descarte de resíduos de mineração tem se concentrado cada vez mais no uso de empilhamento a seco ou "*dry stacking*". Nessas estruturas, os resíduos são filtrados com baixo teor de umidade e compactados a uma energia de compactação definida, a fim de atingir alturas especificas

(BURDEN AND WILSON, 2023). Wagner et al. (2023) pontuam que devido ao método de construção e às alturas alcançadas, o material que compõe a estrutura pode ser submetido a diferentes caminhos de tensão ao longo do plano de ruptura. Para atingir essas alturas e seguir a taxa de produção, diferentes níveis de compactação são atribuídos a diferentes regiões do empilhamento a seco (DAVIES, 2011; LUPO E HALL, 2011). Este método de construção e as alturas alcançadas impõem condições diferentes para o material que compõe essa estrutura.

Fotovvat e Sadrekarimi (2022) sugeriram os diferentes caminhos de tensão que o material pode ser submetido durante a construção de um aterro. O material nas bordas, se analisado por um plano de ruptura curvo, pode ser submetido a diferentes caminhos de tensão ao longo deste plano de ruptura (Figura 3.13 (a)). A Figura 3.13 (a) ilustra um plano curvo de ruptura de um talude genérico, sendo possível observar que há uma rotação contínua da direção da tensão principal maior efetiva σ 1' (que forma um ângulo α com a direção vertical) (Franke et al., 1980). A Figura 3.13 (b) apresenta um esquema da rotação das tensões principais durante a plano de ruptura curvo (LEROUEIL e HIGHT, 2003). O ângulo desta rotação das tensões, neste exemplo descrito por ψ , varia de 0 a 90°. As condições impostas ao solo nos ângulos apresentados de 0° e 90° podem ser analisadas através de ensaios triaxiais de compressão e de extensão lateral, respectivamente. Todavia a rotação das tensões em ângulos diferentes dos retos não pode ser obtida em ensaios triaxiais (CORTE *et al.* 2016)





(b)

Figura 3.13 - (a) Elementos característicos do solo em condições típicas de carregamento, com direção das tensões principais durante a consolidação e ruptura; (FRANKE ET AL.1980); (b) Rotação das tensões principais na análise de um talude (adaptado de LEROUEIL e HIGHT, 2003)

Yoshimine et al. (1998) pontuam que o ensaio simple shear apresenta um comportamento intermediário tensão-deformação entre compressão triaxial e extensão, que seria uma condição mais próximo de ruptura das condições de campo. Sendo assim, as condições impostas pelo simple shear são representativas de estados de tensão, em situações de campo, além de ser utilizado para medição da resistência e rigidez do solo (CORTE, 2016).

No caso geral de tensão tridimensional, um elemento pode estar sujeito a três tensões normais efetivas e a três tensões cisalhantes. Tais tensões apresentam componentes correspondentes de deformação normal e cisalhante. Para um ensaio *simple shear* idealizado, a consolidação de uma amostra prismoidal seria permitido sob condições de tensão e deformações perfeitamente uniformes, apresentando controle independente das tensões efetivas normais e horizontais. Para a condição de deformação plana com volume constante das tensões efetivas normal implica-se em $\delta \varepsilon_{xx} = \delta \varepsilon_{yy} = \delta \varepsilon_{zz} = \delta \varepsilon_{xy} = \delta \varepsilon_{xz} = 0$, com $\delta \varepsilon_{zy} \neq 0$ (Airey e Wood, 1986) através da aplicação de uma tensão cisalhante ($\delta \tau_{zy}$) nas superfícies de topo e de base, ao passo que uma tensão cisalhante complementar é gerada nas superfícies verticais "de rotação" (Doherty e Fahey, 2011b). A Figura 3.14 apresenta as tensões atuantes em um elemento *simple shear* idealizado.



Figura 3.14 - Tensões atuantes em um elemento de simple shear idealizado (DOHERTY e FAHEY,2011)

De acordo com Doherty e Fahey (2011a), uma série de aparelhos de ensaio *simple shear* distintos foi desenvolvida ao longo das últimas décadas. Nesta pesquisa utilizou-se o equipamento desenvolvido por Corte (2016). O equipamento aplica um carregamento vertical através de um conjunto servomotor com uma célula de carga acoplada, impedindo a variação de altura e registrando o carregamento imposto, enquanto no diâmetro da amostra há uma membrana de látex que permite a aplicação de uma pressão de confinamento.

Em contraste com o equipamento triaxial, que é baseado no controle das tensões principais, o equipamento *simple shear* controla as condições de deformação, enquanto direção e magnitude das tensões principais são desconhecidas. Nos equipamentos envoltos por uma membrana de látex, a consolidação pode ser conduzida de forma isotrópica ou seguindo alguma trajetória K. O aumento de tensão de cisalhamento (τ_{xy}) causa uma rotação da tensão principal maior e uma variação na sua magnitude, sendo esses valores estimados como é mostrado a seguir.

As tensões principais do ensaio são dependentes da tensão vertical efetiva e da tensão horizontal efetiva. Estas tensões podem ser obtidas a partir da Equação 2:

$$\sigma'_{v}$$
=PC+Q-PP, σ'_{h} =PC-PP Equação 2

Sendo PC a pressão confinante, Q a tensão desvio e PP a poropressão.

As tensões principais σ_1 , σ_2 e σ_3 são obtidas conforme a Equação 3:

$$\sigma_{1,3} = \left(\frac{\sigma'_{v} + \sigma'_{h}}{2}\right) \pm \sqrt{\left(\frac{\sigma'_{v} + \sigma'_{h}}{2}\right)^{2} + \tau^{2}}, \quad \sigma'_{2} = \sigma'_{h}$$
 Equação 3

Sendo, σ'_v , σ'_h a tensão vertical efetiva e horizontal efetiva, respectivamente e τ a tensão cisalhante.

Para representação do plano p-q, é utilizada a Equação 4 e Equação 5:

$$p = \frac{\sigma'_{1} + \sigma'_{2} + \sigma'_{3}}{3}$$
Equação 4
$$q = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma'_{1} - \sigma'_{2})^{2} + (\sigma'_{1} - \sigma'_{3})^{2} + (\sigma'_{2} - \sigma'_{3})^{2}}$$
Equação 5

Como resposta o ensaio fornece diretamente, por meio da instrumentação, os valores de tensão efetiva vertical (σ'_v), tensão efetiva horizontal (σ'_h), tensão cisalhante (τ), deformação cisalhante (γ) e poropressão (u). A partir destes dados são obtidos os parâmetros de interesse. Como resposta do ensaio s*imple shear* monotônico tem-se: curvas de resistência cisalhante, de variação da poropressão e de variação da tensão vertical efetiva em relação à deformação cisalhante, e trajetórias de tensões.

3.3.11 Procedimentos do ensaio simple shear

O equipamento de *simple shear* utilizado na pesquisa é do Laboratório de Engenharia Geotécnica e Geotecnologia Ambiental (LEGG) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e foi desenvolvido por Corte (2016). O equipamento pode ensaiar corpos de prova cilíndricos com o diâmetro o dobro do valor da altura. No caso dos ensaios desta pesquisa, foram moldados corpos de prova de 100 mm de diâmetro e 50 mm de altura.

Foram utilizados pedra porosa e papel filtro, para evitar a colmatação ao longo do ensaio. Acerca das etapas dos ensaios, inicialmente gás carbônico era percolado na amostra, a fim de substituir os vazios de ar (prioritariamente nitrogênio) por gás carbônico. Tal medida é vantajosa visto que que o gás carbônico apresenta maior solubilidade em água quando comparado ao nitrogênio. Esta providência permite que a próxima etapa seja otimizada. Em seguida, a água era percolada na amostra, da base para o topo (um volume igual a duas vezes o volume de vazios da amostra).

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

Após a percolação, iniciava-se a saturação da amostra, onde eram realizados incrementos em rampa de contrapressão e pressão confinante, até alcançar a saturação completa dos vazios da mesma. Em seguida, iniciava-se a consolidação isotrópica, onde a tensão confinante era elevada igualmente em todas as direções, de forma isotrópica, até que fosse obtida a tensão vertical efetiva desejada. Após a fase de consolidação, iniciava-se a fase final do ensaio, o cisalhamento. Esse era realizado na condição não-drenada, mantendo a premissa do ensaio. Para ensaios, o cisalhamento ocorria com velocidade constante de 0,1 mm/min até que fosse alcançado uma deformação significativa, na ordem de 30%. A Figura 3.15, adaptada de Festugato *et al.* (2013), representa de forma esquematizada algumas das etapas explanadas.



Figura 3.15- (a) Processo de consolidação; (b) Aplicação da deformação horizontal; (c) Resposta do corpo de prova à tensão cisalhante aplicada; (d) Condição conjunta dos esforços aplicados no corpo de prova (adaptada de FESTUGATO et al.; 2013).

3.4 METODOLOGIA DE PESQUISA

3.4.1 Dosagem, Moldagem e Cura dos corpos de prova RCS e simple shear

A dosagem dos corpos de prova deu-se por substituição, isto é, o ligante era adicionado a mistura em substituição aos resíduos nos teores definidos. A pesagem dos materiais passouse em balança com precisão de 0,01 g. Inicialmente, realizou-se a homogeneização dos materiais secos (resíduo, metacaulim e silicato de sódio) e, posteriormente, adicionava-se a água. Em seguida, pesava-se e o material era transferido para recipientes com tampa de modo

a preservar a umidade. Ademais, era retirado material em três cápsulas para conferência da umidade de moldagem. Além disso, para assegurar a total saturação do corpo de prova submetidos ao simple shear, ao fim de cada ensaio era retirada duas cápsulas para conferência de umidade. Nos ensaios de compressão simples, após o período de cura estipulado, os corposde-prova foram retirados do envolvimento plástico 24 horas antes do rompimento, e colocados em imersão em água à temperatura ambiente para minimizar o efeito da sucção.

Para os ensaios de resistência a compressão simples, foi utilizado um molde cilíndrico tripartido com diâmetro de 50 mm e altura de 100 mm, já para os ensaios simple shear usou-se um molde tripartido de 100 mm de diâmetro e 50 mm de altura. Após a moldagem, pesava-se e aferia-se as medidas dos corpos de prova e, em seguida, acondicionava-os em sacos herméticos e os armazenava para cura.

Os corpos de prova eram considerados aptos para serem ensaiados quando atendiam aos seguintes critérios:

- Grau de compactação: entre 99% e 101% do calculado
- Teor de umidade: $\pm 1\%$ do calculado
- Diâmetro e altura: $\pm 1\%$ do calculado

3.4.2 Preparação amostras para microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS)

Os ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS) foram realizados no RMF puro e MK como forma de caracterização microestrutural destes materiais. Além disso, de modo a avaliar a modificação na microestrutura do solo devido à adição do metacaulim (MK) e do silicato de sódio (SS), além da interação entre esses componentes, realizaram se três experimentos em três misturas distintas correspondentes a (i) RMF – 1% CAA e (ii) RMF – 3% CAA e (iii) RMF – 5% CAA. Para os três ensaios foram escolhidas a temperatura de cura de 23°C em um tempo fixo de 7 dias. Findado o tempo de cura, as amostras eram embebidas em acetona, a fim de findar as reações, após dois dias eram secas a temperatura de 50°C e prosseguiam para os procedimentos que envolviam os ensaios, os quais foram realizados em um microscópio de varredura por emissão de campo modelo Inspect F50.

4 APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos com a execução dos ensaios propostos na metodologia. Foram realizados ensaios de resistência não confinada à compressão simples (RCS), ensaios de *Simple Shear* (SS) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Devido a densa quantidade de resultados, o tópico dos ensaios simple shear foi dividido em três subtópicos, inicialmente apresenta-se os resultados por peso específico aparente seco separadamente e por fim uma comparação entre ambos é realizada.

4.1 Ensaios de compressão simples (RCS)

Os resultados a seguir correspondem a Fase II da metodologia da pesquisa (definida no Item 3.1.1). Ressalta-se que os corpos de provas são compostos de resíduo e cimento alternativo, onde a proporção de 5% de cimento alternativo é fixa para todos as amostras, com variações de proporções de MK/SS. Na Figura 4.1 são apresentados os resultados de resistência a compressão simples dos sistemas álcali-ativados.



Figura 4.1 - Resistência a compressão simples dos sistemas álcali-ativados com diferentes proporções precursor ativador

A partir da Figura 4.1 se observa que, com o aumento da relação MK/SS ocorre a diminuição da resistência a compressão simples para o tempo de cura estudado nesta pesquisa. Monzó et al. (2008) explicam que a incorporação de uma maior quantidade de sílica solúvel no meio, acarreta na formação de géis mais ricos em sílica, o que resulta na retardação de formação de zeólitas. Segundo os autores, ambos os fatores têm um efeito benéfico sobre o aumento da resistência mecânica do material até um certo valor de adição de sílica. Diante disso, pode-se ratificar os resultados encontrados nesta fase de investigação.

Para a análise dos resultados, com o objetivo de avaliar a influência do fator controlável sobre a variável resposta, abordou-se uma metodologia estatística de análise de variância (ANOVA) mediante a um modelo de um fator (ONEWAY ANOVA). O nível de significância adotado foi de 5% (0,05), ou seja, ao validar o modelo como representativo para o experimento, há confiabilidade do estudo de 95%. O fator controlável consistiu na relação metacaulim-silicato de sódio (MK/SS), com 7 níveis de significância (Tabela 4.1). Para cada um dos tratamentos foram realizadas 2 repetições.

Fator	Níveis	Valores
MK/SS	7	0,72; 0,80; 0,90; 1,03; 1,21; 1,46; 1,84.

Tabela 4.1 - Informação do Fator Controlável.

Fonte: Elaborado pela Autora.

Os resultados da análise estatística de variância (tabela ANOVA) para a variável resposta de resistência à compressão simples são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Análise de Variância	

Fonte	Graus de Liberdade (GL)	Somas ajustadas dos quadrados (SQ)	Quadrados médios ajustados (MQ)	Valor-F Valor-p	
MK/SS	6	16772,8	2795,46	34,30	0,0
Erro	7	570,6	81,51		
Total	13	17343,0			

Fonte: Elaborada pela Autora.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

A análise ANOVA revelou que o fator controlável (MK/SS) influencia significativamente na resistência à compressão das amostras, dentro do intervalo de níveis avaliados, com 95% de confiança. O próximo passo da análise estatística consistiu em uma comparação múltipla de médias dos diferentes tratamentos, realizada pelo Método de Tukey. Bruschi (2020) explica que esse método é utilizado em análises ANOVA de modo a criar intervalos de confiança para todas as diferenças pareadas entre as médias dos níveis dos fatores, controlando a taxa de erro global para um nível de significância especificado. O autor completa que essa comparação tem como objetivo encontrar os níveis dos fatores controláveis que otimizam a resposta mecânica das amostras em termos de resistência à compressão simples. A Tabela 4.3 apresenta os resultados da comparação múltipla de médias frente à resistência a compressão das amostras analisadas.

MK/SS	Ν	MÉDIA	AGRUPAMENT	O	
 0,80	2	221,93	А		
0,90	2	219,21	А		
1,03	2	218,60	А		
0,72	2	189,69	А	В	
1,21	2	182,47		В	
1,46	2	179,62		В	
1,84	2	115,61			С

Tabela 4.3- Comparação múltipla de médias pelo Método de Tukey

Fonte: Elaborado pela Autora.

Os resultados do Teste de Tukey permitem visualizar o agrupamento dos 14 tratamentos realizados. Médias que compartilham o mesmo agrupamento de letras são estatisticamente iguais, enquanto médias que não compartilham o mesmo agrupamento de letras são estatisticamente diferentes. A Figura 4.2 elucida melhor as considerações apontadas.



Figura 4.2 - Gráfico de intervalos entre RCS e relação MK/SS.

Nesta pesquisa é necessário identificar o tratamento que apresente o maior valor de resistência, já que a resistência é uma variável resposta do tipo maior-melhor. A partir da análise dos dados apresentados na Tabela 4.3 e Figura 4.2, é possível constatar um empate técnico entre três tratamentos, agrupados na letra A. Os tratamentos que compõem o grupo A são MK/SS=1,03, MK/SS=0,90 e MK/SS=0,80. O agrupamento de três tratamentos no maior nível da variável resposta, indica que estatisticamente, todos levam a mesma resistência à compressão do ligante álcali-ativado. O critério de desempate entre os tratamentos consistiu na menor quantia de ativador necessária no processo, coerente com a literatura vigente (Bruschi (2020), Santos (2021)). Assim, o tratamento escolhido foi MK/SS=1,03 (correspondente a uma relação de porcentagem 51/49 de MK/SS).

Uma vez determinadas as relações do ligante álcali-ativado, foi possível transpor a dosagem ótima para os ensaios *simple shear*.

4.2 Ensaio *simple shear* (SS)

Os ensaios monotônicos foram realizados na condição não drenada, com velocidade de deslocamento de 0,01 mm/min. Foram elaboradas amostras com 0,1,3,5% de CAA, moldados em dois pesos específicos, 17 kN/m³ e 19 kN/m³. Varia-se a quantidade adicionada de cimento, a fim de avaliar o efeito do aumento da quantidade de cimento no comportamento mecânico

das misturas. De maneira análoga, analisa-se dois pesos específicos a fim de observar o impacto da variação do índice de vazios no comportamento mecânico das amostras.

As amostras não cimentadas, não apresentaram a formação de superfície de ruptura definida, enquanto que as amostras levemente cimentadas (1%CAA) apresentaram uma leve demarcação da superfície de ruptura. Por fim, o aumento do teor de cimento aumentou a espessura da banda de cisalhamento, de forma que amostras cimentadas com maior teor de cimento (ou seja, 3 e 5% CAA) apresentaram formação de uma superfície de ruptura bem definida, como mostra a Figura 4.3.



Figura 4.3 – Amostras após ruptura por carregamento monotônico.

4.2.1 Ensaios peso específico aparente seco de 17 kN/m³

A Figura 4.4 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de ferro puro com 17kN/m³ sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.4a) não apresenta pico de resistência definido, visto que as tensões continuaram sendo mobilizadas após a ruptura. Observa-se que a poropressão gerada para os ensaios (Figura 4.4c) inicia com a crescente de valores positivos que depois passam a reduzir, o ensaio de 50kPa é o único que alcança valores negativos, os demais ensaios com 100kPa e 150kPa não apresentam redução de poropressão suficiente para alcançar valores negativos.

Por motivo da câmara do ensaio não possibilitar a observação da amostra, não há certeza de onde ocorreu a falha, porém observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que

a ruptura ocorreu entre 8% e 10% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva ilustradas na Figura 4.4 (b) e (d), apresentam em razão de uma geração inicial de poropressão positiva, uma diminuição na média de tensões (p') e também na tensão vertical efetiva. Posteriormente, conforme essa poropressão diminui a curva tende a um patamar que, juntamente com as curvas de demais tensões efetivas iniciais, define a envoltória de resistência do material.



Figura 4.4 - Resposta cisalhante monotônica do RMF puro com 17kN/m³ sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

A Figura 4.5 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de ferro estabilizado com 1% CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.5a) também não apresenta pico de resistência definido. Observa-se em todos os ensaios, a geração de poropressão positiva (Figura 4.5c) no início do cisalhamento, seguida por valores negativos, que indicam a tendência à expansão da amostra. Não há certeza de onde ocorreu a falha da amostra, porém observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 8% e 12% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva ilustradas na Figura 4.5 (b) e (d), apresentam comportamento similar ao anteriormente retratado.



92

Figura 4.5 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 1%CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

A Figura 4.6 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de ferro estabilizado com 3% CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.6a) dos ensaios apresenta um sutil pico de resistência, seguido de uma queda da tensão cisalhante. Entretanto, após a queda de tensão observa-se um aumento das tensões que se julga referente as perdas das condições de contorno. A geração de poropressão (Figura 4.6c) e consequente aumento da tensão efetiva apresentou um comportamento similar ao ensaio anterior, entretanto com menores magnitudes. Por motivo do tipo de câmara do ensaio, não há certeza de onde ocorreu a falha da amostra, porém observando as trajetórias de tensão em conjunto acredita-se que a ruptura ocorreu entre 12% e 14% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva ilustradas na Figura 4.6 (b) e (d), apresentam a mesma tendência de comportamento observada ao longo dos ensaios anteriores, sendo suas magnitudes as suas diferenças.



Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo



Figura 4.6 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 3%CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

A Figura 4.7 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de ferro estabilizado com 5% CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.7a) dos ensaios apresenta pico de resistência bem definido, seguido de uma queda da tensão cisalhante. Assim como observado no ensaio anterior, após a queda de tensão observa-se um aumento das tensões que se julga referente as perdas das condições de contorno. A geração de poropressão (Figura 4.7c) e consequente aumento da tensão efetiva foi similar em comportamento ao ensaio anterior. Observando as trajetórias de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 10% e 12% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva ilustradas na Figura 4.7 (b) e (d), fazem alusão aos comportamentos anteriormente retratados.



Figura 4.7 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 5%CAA, com 17kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Após analisar o comportamento das amostras individualmente de acordo com sua porcentagem de CAA, é possível compilar diagramas que relacionem diferentes porcentagens de CAA para a mesma tensão confinante, de forma a analisar o impacto do CAA nas resistências desenvolvidas. Nesse contexto, a Figura 4.8 apresenta os ensaios de 17kN/m³ para 50kPa e 0,1,3,5% CAA. A Figura 4.8 (a) permite observar que 1% de adição de CAA teve um sutil impacto na resistência do material, quando comparado as demais porcentagens de CAA. As resistências não drenadas apresentaram comportamento proporcional à adição de cimento,

sendo crescentes para 1, 3% e com maior resistência em 5%, respectivamente. O pico de resistência mais evidente é para 5% de CAA. Este comportamento se assemelha muito a utilização de agentes cimentantes usuais, como mostrado por Consoli et al. (2021). A geração de poropressão e tensão vertical efetiva (Figura 4.8c) demonstra o efeito da cimentação nos corpos de prova, de maneira que se observa a redução de poropressão positiva à medida que se aumenta a quantidade de CAA, este comportamento indica que as amostras cimentadas reduziram a tendência de compressão da amostra. Este desempenho está atrelado a formação de compostos cimentícios, que promovem a ligação das partículas e são responsáveis por uma parcela coesiva friccional que promove um aumento de resistência decorrente da matriz de cimento. Esse comportamento é maior à medida que se amplia a proporção de agente cimentante (FERNANDEZ-JIMENEZ et al. 2006; GERALDO et al., 2022). Além disso Figura 4.8 (b) e (d) corroboram o comportamento analisado, apresentando uma diminuição na média de tensões (p') e então, aumento da média de tensões até um patamar que definirá, junto a outros ensaios, a envoltória de resistência do material. Esta redução das médias das tensões torna-se menor à medida que se aumenta a quantidade de CAA, já que está atrelada ao valor de poropressão positiva gerada no ensaio. Como a cimentação adiciona uma parcela coesiva de resistência ao material, aumenta-se a resistência e reduz-se a tendência contrativa do material à medida que se adiciona agente cimentante.





Figura 4.8 – Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 50kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Nesse contexto a Figura 4.9 apresenta os ensaios de 17kN/m³ para 100kPa e 0, 1, 3 e 5% CAA. A Figura 4.9 (a) apresenta a mesma tendência anteriormente comentada na Figura 4.8, entretanto observa-se valores superiores de resistência. Este comportamento está de acordo com o esperado, considerando que o aumento da tensão de confinante promove um aumento de resistência das amostras, assim como ocorre a supressão gradual da tendência de dilatação, à medida que ocorre o aumento das pressões de confinamento (Figura 4.9 (c)) (CONSOLI *et al.*, 2022). A Figura 4.9 (b) e (d) corroboram o comportamento apresentado. Além disso, observase que as amostras cimentadas atingem patamares de resistência maiores do que as das amostras de RMF puro, já que a adição de CAA alterou a resposta do RMF, de uma resposta puramente friccional para um comportamento coeso-friccional com uma parcela importante de resistência decorrente da matriz de cimento (ou seja, parcela coesa).



Figura 4.9 - Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 100kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Por fim, apresenta-se a Figura 4.10 que contêm ensaios de 17kN/m³ para 150kPa e 0, 1, 3 e 5% CAA. A Figura 4.10 (a), (b), (c) e (d) apresentam tendência de comportamento semelhantes aos apresentados na Figura 4.8 e Figura 4.9, entretanto deve-se ressaltar novamente o impacto gerado pela tensão de confinamento, responsável por valores superiores de resistência, assim como maiores valores de poropressão positiva devido a supressão da tendência de dilatação por conta da aumento das pressão de confinamento (CONSOLI *et al.*, 2022). Pontua-se também o efeito da cimentação, adicionando uma parcela coesiva de resistência ao material, de maneira que ocorre o aumento de quantidade de reações geradas com o aumento do teor do agente cimentante na mistura, assim gera-se uma maior precipitação de compostos cimentícios e maiores ligações entre as partículas são provocadas, o que contribui diretamente para o aumento da resistência.



Figura 4.10 - Resposta cisalhante ensaios de 17kN/m³ para 150kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

4.2.2 Ensaios peso específico aparente seco de 19 kN/m³

A Figura 4.11 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de ferro puro, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.11a) nos ensaios não apresenta pico de resistência definido. Observa-se que a poropressão gerada para os ensaios (Figura 4.11c) inicia-se com a crescente de valores positivos e depois passam a reduzir; onde o ensaio de 150kPa é o único que não alcança valores negativos e os demais (50 e 100kPa) apresentam redução de poropressão suficiente para alcançar valores negativos. Este comportamento acredita-se estar atrelado ao aumento de peso específico seco e, também, a tensão horizontal efetiva maior aplicada, que efetua um confinamento maior na amostra e reduz a tendência expansiva da mesma. Por motivo da câmara do ensaio não possibilitar a observação da amostra, não há certeza de onde ocorreu a falha, porém observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 10% e 14% de deformação. Assim como observado para o RMF puro com 17kN/m3, a trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva (Figura 4.11 (b) e (d)), apresentaram o comportamento de redução na média de tensões (p') e tensão vertical efetiva, e posterior tendência a um patamar que define a envoltória de resistência do material.





Figura 4.11 - Resposta cisalhante monotônica do RMF puro, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

A Figura 4.12 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de estabilizado com 1% CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.12a) nos ensaios apresenta um sutil pico de resistência definido, após a queda de tensão observa-se um aumento das tensões que se julga referente as perdas das condições de contorno. Observa-se que a poropressão gerada (Figura 4.12c) para os ensaios inicia com a crescente de valores positivos e depois passa a reduzir; todos os ensaios alcançam valores negativos de poropressão. Por motivo da câmara do ensaio não possibilitar a observação da amostra, não há certeza de onde ocorreu a falha, porém observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 8% e 12% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva ilustradas na Figura 4.12 (b) e (d), apresentam, em razão de uma geração inicial de poropressão positiva, uma diminuição na média de tensões (p') e também na tensão vertical efetiva. Posteriormente, conforme a poropressão diminui a curva tende a um patamar que, juntamente com as curvas de demais tensões efetivas iniciais, define a envoltória de resistência do material.



Figura 4.12 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 1%CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

A Figura 4.13 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de estabilizado com 3% CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.13a) apresenta pico de resistência definido, seguido de uma queda da tensão cisalhante. Assim como observado no ensaio anterior, após a queda de tensão observa-se um aumento das tensões que se julga referente as perdas das condições de contorno. Observa-se que a poropressão gerada (Figura

Helena Portela Farenzena (helenapfarenzena@gmail.com). Dissertação de Mestrado. PPGEC/UFRGS. 2023.

4.13c) para os ensaios inicia-se com a crescente de valores positivos e depois passam a reduzir, todos os ensaios alcançam valores negativos de poropressão. Não há certeza de onde ocorreu a falha da amostra, porém observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 10% e 14% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva (Figura 4.13 (b) e (d)), apresentam similar comportamento ao anteriormente apresentado.



Figura 4.13 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 3%CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

A Figura 4.14 apresenta a resposta cisalhante monotônica do resíduo de mineração de estabilizado com 5%CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial. O comportamento tensão cisalhante-deformação cisalhante (Figura 4.14a) nos ensaios apresenta pico de resistência bem definido, seguido de uma queda da tensão cisalhante. Assim como observado no ensaio anterior, após a queda de tensão observa-se um aumento das tensões que se julga referente as perdas das condições de contorno. A geração de poropressão (Figura 4.14c) e consequente aumento da tensão efetiva apresentou comportamento similar ao ensaio anterior. Observando a trajetória de tensões em conjunto, acredita-se que a ruptura ocorreu entre 6% e 10% de deformação. A trajetória de tensões e a curva tensão cisalhante por tensão vertical efetiva (Figura 4.14 (b) e (d)), apresentam uma discreta diminuição na média de tensões (p') e então, tendem a um patamar que define a envoltória de resistência do material.



Figura 4.14 - Resposta cisalhante monotônica do RMF estabilizado com 5%CAA, com 19kN/m³ e sob 50, 100 e 150 kPa de tensão vertical efetiva inicial: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Assim como realizado na subseção anterior, após a análise do comportamento das amostras individualmente com correspondentes porcentagens de CAA, é possível compilar diagramas que relacionem diferentes porcentagens de CAA para a mesma tensão confinante, de forma a analisar o impacto do CAA nas resistências alcançadas. A Figura 4.15 apresenta os ensaios de 19kN/m³ para 50kPa e 0, 1, 3 e 5% CAA.

A Figura 4.15 (a) permite observar que o comportamento tensão cisalhante por deformação cisalhante para 1% CAA até 8% de deformação cisalhante apresenta a curva de resistência ligeiramente superior à de 0%CAA. Após essa deformação ocorre uma queda de resistência. Semelhantemente ao ensaio de 1%CAA, para as amostras de 3% CAA até 5% de deformação cisalhante o comportamento tensão cisalhante por deformação cisalhante apresenta a curva de resistência com maior resistência e rigidez inicial que as de 0 e 1% CAA, após esta deformação ocorre uma pequena queda de resistência e depois os valores retornam a aumentar. Acredita-se que, para ambos casos, algum assentamento da amostra dentro do molde pode ter acontecido e gerado esta descontinuidade, entretanto devido à escassez de material e coerência de comportamento em conjunto com as demais tensões confinantes, optou-se por manter os ensaios em questão. De maneira geral, é encontrado comportamento proporcional a adição de cimento, sendo crescentes para 1, 3% e com maior resistência em 5%, respectivamente. O pico de resistência mais evidente é para 5% de CAA. Entretanto, o impacto da cimentação mostra-se menos pronunciado do que a apresentada para as mesmas condições com 17kN/m³, como será mostrado no próximo subitem.

A geração de poropressão e tensão vertical efetiva (Figura 4.15c) demonstra o efeito da cimentação nos corpos de prova, de maneira que se observa a redução de poropressão positiva à medida que se aumenta a quantidade de CAA, este comportamento indica que as amostras cimentadas reduziram a tendência de compressão da amostra. Este desempenho está atrelado a formação de compostos cimentícios, que promovem a ligação das partículas e são responsáveis por uma parcela coesiva friccional responsáveis por um aumento de resistência decorrente da matriz de cimento. Esse comportamento é maior à medida que se amplia a proporção de agente cimentante (CONSOLI *et al.*, 2011, 2020; FERNANDEZ-JIMENEZ *et al.* 2008; GERALDO

et al., 2022). Além disso Figura 4.15 (b) e (d) corroboram o comportamento até então analisado, apresentando uma diminuição na média de tensões (p') e então, tendem a um patamar que define a envoltória de resistência do material. Esta redução das médias das tensões torna-se menor à medida que se aumenta a quantidade de CAA e maiores porcentagens de CAA atingem maiores patamares. Isto se deve ao valor de poropressão positiva gerada no ensaio, a cimentação adiciona uma parcela coesiva de resistência ao material, aumenta-se a resistência e reduz-se a tendência contrativa do material à medida que se adiciona agente cimentante.



Figura 4.15 – Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 50kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Nesse contexto a Figura 4.16 apresenta os ensaios de 19kN/m³ para 100kPa e 0,1,3,5% CAA. A Figura 4.16 (a) apresenta o comportamento não drenado semelhante aos anteriormente acordados à medida que acontece a adição de agentes cimentantes em um RMF. Entretanto, observa-se valores superiores de resistência quando comparado a Figura 4.15 demonstrando que o aumento da tensão de confinante promove um aumento de resistência das amostras, assim como ocorre a supressão gradual da tendência de dilatação (Figura 4.16 (c)) à medida que ocorre o aumento das pressões de confinamento (CONSOLI *et al.* 2022). A Figura 4.16 (b) e (d) corroboram o comportamento apresentado, além disso observa-se que as amostras cimentadas atingem patamares de resistência maiores do que as das amostras de RMF puro. Isto deve-se a adição de CAA, que alterou a resposta do RMF, de uma resposta puramente friccional para um comportamento coeso-friccional com uma parcela importante de resistência decorrente da matriz de cimento. Esse comportamento está atrelado a ligações das partículas que ocorrem devido aos produtos de reação serem gerados, no caso deste CAA acredita-se que é gerado predominantemente géis N-A-S-H (GARCIA-LODEIRO *et al.* (2012)), abrangidos com



Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo



Figura 4.16 - Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 100kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Por fim, apresenta-se a Figura 4.17 que contêm ensaios de 19kN/m³ para 150kPa e 0, 1, 3 e 5% CAA. A Figura 4.17 apresenta tendência de comportamento semelhantes aos apresentados anteriormente, entretanto deve-se ressaltar novamente o impacto gerado pela tensão de confinamento, responsável por valores superiores de rigidez, assim como maiores valores de poropressão positiva devido a supressão da tendência de dilatação. Além disso, ocorre um aumento de quantidade de reações geradas com o aumento do teor do agente cimentante na mistura, assim gera-se uma maior precipitação de compostos cimentícios, o que contribui diretamente para o aumento da resistência.


Figura 4.17 - Resposta cisalhante ensaios de 19kN/m³ para 150kPa de tensão vertical efetiva inicial e 0,1,3,5% CAA: (a) tensão cisalhante em relação à deformação cisalhante; (b) trajetória de tensões no plano p'-q; (c) variação da tensão vertical efetiva e poropressão em relação à deformação cisalhante e (d) tensão cisalhante em relação à tensão vertical efetiva.

Sendo assim, espera-se que os produtos de reação formados por conta do CAA proposto sejam majoritariamente o N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado) caracterizado por apresentar estrutura amorfa (GARCÍA-LODEIRO *et al.*, 2015) e tridimensional, onde os tetraedros de silício e alumínio são distribuídos aleatoriamente (GARCÍA-LODEIRO *et al.*, 2010). Após compreender o comportamento geotécnico das misturas propostas de maneira minuciosa, fazse cabível a comparação global das amostras ensaiadas, de forma a compreender numa escala macro as influências e impactos atrelados ao CAA, peso específico seco e tensões de confinamento.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

4.2.3 Análise dos resultados em conjunto

Análise comportamento tensão deformação

A Figura 4.18 apresenta o comportamento resultante dos ensaios sem cimentação, sendo os dois pesos específicos secos apresentados, de 17 e 19 kN/m³. A média de resistências para as amostras mais compactadas foi maior que as amostras com menor compactação (17 kN/m³). A Figura 4.18 mostra como o volume de vazios dos corpos de prova afeta a resistência ao cisalhamento do RMF. A resistência aumenta com a redução do volume de vazios da mistura compactada. O efeito benéfico de uma diminuição no volume de vazios das amostras sobre a resistência à compressão, por exemplo, foi relatado por pesquisadores como Moore et al. (1970) e Consoli et al. (2012).

Assim, observa-se que o aumento do peso específico seco, ou seja, a redução do índice de vazios resulta em uma maior área de contato entre as partículas componentes do material, aumentando o fenômeno de intertravamento e a resistência devido à maior mobilização por atrito (LAMBE AND WHITMAN, 1969). No diagrama estão representadas três tensões horizontais efetivas selecionadas. As curvas em questão não apresentaram pico bem definido, uma vez que as amostras eram não cimentadas. Este comportamento também foi encontrado por Mafessoli (2022), com resíduos de mineração de ferro submetidos a ensaios triaxiais.



Figura 4.18 – Comportamento tensão cisalhante em relação a deformação cisalhante para resíduo de mineração de ferro puro com 17 e 19kN/m³

Unificando os ensaios com os pesos específicos secos de 17 kN/m³ e 19 kN/m³, a Figura 4.19 apresenta as curvas de tensão cisalhante por deformação cisalhante, para 0, 1, 3 e 5% de agente cimentante. Como apresentado, quando compara-se a Figura 4.19(a) e Figura 4.19(b), observa-se que para mesmas condições em diferentes índices de vazios, as amostras com maior peso especifico seco alcançam maiores resistências. Além disso, observa-se também que o aumento no teor de cimento leva a um acréscimo na quantidade de reações cimentícias e consequentemente à uma maior resistência. Autores como Consoli et al. (2009, 2020), Festugato et al. (2018) e Lemos et al. (2020) que trabalharam com cimentos usuais retratam um comportamento semelhante ao apresentado, entretanto é essencial ressaltar pesquisas que utilizaram cimentos alternativos e alcançam não só semelhante desempenho, como também melhores comportamentos em ensaios de resistência térmica e ao fogo (FERNANDEZ-JIMENEZ et al. 2008, BERNAL et al. 2011, CHEN et al. 2016, JASKULSKI. 2022, GERALDO et al. 2022). Em resumo, mostra-se uma resposta bastante rígida em pequenas deformações axiais (ligadas à tendência de contração do material), seguida por um comportamento de amolecimento da deformação e a tendência à dilatação do material (SHOOSHPASHA AND SHIRVANI, 2015; CONSOLI et al. 2022). Em outras palavras, podese observar que a estabilização com CAA leva a um aumento significativo na tensão máxima cisalhante, é claro para uma certa quantidade de deformação cisalhante. Este comportamento, dentre os demais, evidencia a eficiência do cimento alternativo proposto.



Figura 4.19 - Comportamento tensão cisalhante em relação a deformação cisalhante, para 0, 1, 3 e 5% de CAA: (a) peso específico aparente seco de 17 kN/m³ e (b) peso específico aparente seco de 19 kN/m³.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo



Na Figura 4.20 estão apresentadas as curvas de variação de tensão vertical efetiva e curvas da variação de poropressão em função da deformação cisalhante.

Figura 4.20 – Variação de tensão vertical efetiva para 0, 1, 3, 5%CAA para (a) peso específico seco 17 kN/m³ e (b) peso específico seco 19 kN/m³ e variação de poropressão para 0, 1, 3, 5%CAA para (c) peso específico seco 17 kN/m³ e (d) peso específico seco 19 kN/m³ em relação da deformação cisalhante.

Em valores absolutos, os excessos de poropressão positiva máximos podem ser comparados (isso recorrente sempre para pequenas deformações) de acordo com a Tabela 4.4. A partir da Figura 4.20 e Tabela 4.4 pode-se afirmar que a reação gerada pela adição do cimento álcali ativado foi responsável pela diminuição da amplitude da geração de poropressão positiva,

uma vez que reduziu a tendência contrativa do material. Desta forma confirma-se que o aumento da tensão confinante, gerou uma maior tendência compressiva nas amostras, atenuada pela adição de agente cimentante (e.g. JASKULSKI, 2022; CONSOLI *et al.* 2022). Este comportamento ratifica a efetividade do cimento álcali ativado proposto. De maneira geral, como as amostras com 19 kN/m³ apresentam menores índices de vazios, as tendências dilatantes foram ligeiramente maiores, gerando uma variação de poropressão positiva menor. A tendência de comportamento compressivo inicial deve-se ao ajuste/acomodação das partículas do solo, seguido da tendência de comportamento dilativo devido ao intertravamento dos grãos (FOURIE *et al.* 2022).

Tabela 4.4 – Máximos valores de poropressão positiva para ensaios com 0,1,3,5%CAA, 17 e 19 kN/m³.

		Máximo valor de poropressão positiva (kPa)					
Amostra	$\gamma = 17 \text{ kN/m}^3$			$\gamma = 19 \text{ kN/m}^3$			
	50kPa	100kPa	150kPa	50kPa	100kPa	150kPa	
0%CAA	20,04	44,03	72,43	13,07	43,86	71,40	
1%CAA	12,48	31,16	61,96	5,41	19,58	60,49	
3%CAA	9,15	21,70	42,95	6,18	17,13	33,35	
5%CAA	4,90	15,88	15,52	4,69	13,76	27,41	

Fonte: Autora.

Além disso, analisando a Figura 4.20 e Tabela 4.4 observa-se que a cimentação efetiva das amostras diminuiu a geração de poropressão positiva, parâmetro relacionado com a tendência a liquefação (Fourie et al., 2022). Analisando todas as curvas de tensão vertical efetiva, fica claro que as curvas ficaram a uma distância de no máximo 35kPa da linha horizontal que marca o zero. Além disso, é possível visualizar o aumento da tendência dilatante (geração de poropressão negativa) proporcionalmente com o aumento da compactação, assim como a diminuição da tendência dilatante à medida que se aumenta a tensão horizontal efetiva. O presente trabalho não se propõe a estudar a suscetibilidade a liquefação de resíduo de minério de ferro, sendo assim não será abordada de forma profunda esta temática. Para uma maior imersão acerca dos parâmetros-chave para compreender a suscetibilidade ao fenômeno de liquefação de materiais geotécnicos indicam-se alguns trabalhos mais completos sobre a temática, sendo Jefferies e Been (2006) e Nierwinski (2013).

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

Os valores de poropressão foram considerados representativos até o momento em que o ensaio atingiu seu pico de resistência; posterior a isso, acredita-se que as condições de contorno do ensaio foram perdidas e, consequentemente, os valores não são representativos do real comportamento do material. Com isso, os parâmetros de resistência desta pesquisa foram estimados apenas para valores de pico, onde há a certeza de que as condições de contorno do ensaio foram mantidas.

Análise dos valores de módulo cisalhante tangente inicial

Foi possível calcular de forma direta o módulo cisalhante (G), pela inclinação da reta tangente a curva de tensão cisalhante por deformação cisalhante. A seguir são apresentadas as curvas de módulo cisalhante tangente dos ensaios unindo 12 ensaios de acordo com seu correspondente peso específico seco (Figura 4.21). Visualiza-se o aumento da rigidez inicial das amostras com o aumento do teor de agente cimentante. Palomo et al. (2004) ressaltam que a resistência mecânica da mistura aumenta durante a formação de um gel de aluminossilicato rico em Al no primeiro estágio da ativação alcalina de partículas, mas aumenta ainda mais como resultado do enriquecimento Si do material (formação de gel de aluminossilicato enriquecido com Si). Desta forma, a adição de mais cimento permite que mais reações aconteçam e mais compostos precipitem. O incremento no conteúdo de CAA leva a mais desenvolvimento de reações cimentícias, o que contribui para o aumento relatado do módulo de cisalhante. O mesmo comportamento foi evidenciado para diferentes materiais geotécnicos (CONSOLI ET AL., 2018; CONSOLI E TOMASI, 2018). Novamente é possível corroborar o bom desempenho do CAA aqui proposto.

Além disso, é possível perceber que há um sutil aumento no valor do módulo em função da maior tensão vertical efetiva inicial do ensaio, já que este está vinculado diretamente com a tensão cisalhante alcançada pelo material. Por fim, ao longo que as deformações ocorrem, o valor do módulo cisalhante tangente tende a uma constante na qual a rigidez seria mínima.



Figura 4.21 - Módulo cisalhante tangente em relação a deformação cisalhante para 0,1,3,5%CAA para (a) peso específico seco de 17 kN/m³ e (b) peso específico seco de 19 kN/m³.

De forma a discutir os valores de módulo cisalhante (G) iniciais, são apresentadas na Tabela 4.5 os valores correspondentes para as amostras de peso específico seco de 17 kN/m³, além disso apresenta-se a diferença percentual de módulo cisalhante tangente em relação ao resíduo não estabilizado.

Tabela 4.5 – Valores iniciais (γ = 0,01%) de módulo cisalhante tangente para peso específico seco de 17kN/m³.

	Módulo	Diferença			
Amostra		cisalhante			
	$\sigma'_{c} = 50 \text{kPa}$	$\sigma'_c = 100 \text{kPa}$	$\sigma'_{c} = 150 \text{kPa}$	tangente (%) *	
0%CAA	12908,12	16169,79	17506,51	-	
1%CAA	13931,75	16994,49	18760,87	6,7	
3%CAA	18171,87	20618,99	21929,15	31,2	
5%CAA	18715,22	22046,13	25568,70	42,5	

*valores de diferença em relação ao resíduo não estabilizado (0% CAA)

Fonte: Autora

A Tabela 4.5 evidencia a melhora da performance devido ao agente cimentante álcaliativado. É possível identificar a melhora de resistência mesmo que com a menor porcentagem de agente cimentante, entretanto em diferente proporção quando comparado com a adição de 3% e 5% de CAA. Para os ensaios de 1% de CAA o aumento em relação ao resíduo puro foi

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

em média 6,7%, já para os ensaios de 3% de CAA a média foi de 31,2% enquanto o maior aumento encontrado foi de 42,5%, em média, para 5% de CAA. Este comportamento está coerente ao encontrados para cimentos convencionais, (CONSOLI *et al.*, 2021) e para cimentos alternativos como mostrado por diversos autores (FERNANDEZ-JIMENEZ *et al.* 2008; BERNAL *et al.* 2011; CHEN *et al.* 2016; JASKULSKI, 2022).

De maneira análoga ao peso específico inferior, é apresentado na Tabela 4.6 os valores correspondentes de módulo cisalhante (G) iniciais para as amostras de peso específico seco de 19 kN/m³, assim como a diferença percentual de módulo cisalhante tangente em relação ao resíduo não estabilizado.

Tabela 4.6 - Valores iniciais (γ = 0,01%) de módulo cisalhante tangente para peso específico seco de 19kN/m³.

	Mód	Diferença		
Amostra		módulo cisalhante		
_	$\sigma'_c = 50 \text{kPa}$	$\sigma'_c = 100 \text{kPa}$	$\sigma'_c = 150 \text{kPa}$	tangente (%) *
0%CAA	17988,51	20120,36	23618,17	-
1%CAA	18554,72	22403,83	23644,9	4,9
3%CAA	23996,79	26566,62	29007,07	29,5
5%CAA	25790,83	27049,10	30438,58	35,6

*valores de diferença em relação ao resíduo não estabilizado (0% CAA)

Fonte: Autora.

A Tabela 4.6 evidencia a melhora da performance devido ao agente cimentante álcaliativado. É possível identificar a melhora de resistência mesmo que com a menor porcentagem de agente cimentante, entretanto em diferente proporção quando comparado com a adição de 3% e 5% de CAA. Para os ensaios de 1% de CAA o aumento em relação ao resíduo puro foi em média 4,9%, já para os ensaios de 3% de CAA a média foi de 29,5% enquanto o maior aumento encontrado foi de 35,6%, em média, para 5% de CAA.

Por fim, pode-se observar que a proporção de aumento da rigidez inicial para os corpos de prova com menor peso específico seco foi maior do que para aqueles com peso específico seco maior. Este comportamento foi observado por Da Rocha (2016) que constatou para um solo argiloso estabilizado com cal, as dosagens de baixo teor de cimento/alta densidade apresentaram um impacto menor em todas as categorias em comparação com as dosagens de

alto teor de cimento/baixa densidade, para os valores-alvo de resistência e rigidez examinados. Os autores pontuam que mais estudos devem ser realizados acerca da análise de ciclo de vida quando se envolve subprodutos industriais, mas é possível corroborar uma tendência de comportamento.

Estimativa de parâmetros geotécnicos

A partir do plano p'-q (invariantes de tensão) na Figura 4.22, é possível observar as trajetórias de tensões para cada ensaio.



Figura 4.22- Trajetória de tensões no plano p'-q para 0,1,3,5%CAA (a) peso específico seco de 17 kN/m³ e (b) peso específico seco de 19 kN/m³.

Semelhante ao ensaio triaxial, o ensaio *simple shear* também pode ser utilizado para a obtenção dos parâmetros de resistência do material, relacionando a tensão cisalhante em função da tensão vertical efetiva. Na Figura 4.23 são mostradas as curvas referentes aos ensaios realizados para peso específico seco de 17 kN/m³ e 19 kN/m³.



Figura 4.23 – Tensão cisalhante em relação a tensão vertical efetiva e envoltórias de ruptura para 17 e 19kN/m³ com (a) 0%CAA; (b) 1%CAA; (c) 0%CAA; (d) 1%CAA.

Como a Figura 4.23 demonstra, foram traçadas envoltórias tangenciando as curvas, possibilitando a estimativa do ângulo de atrito efetivo e intercepto coesivo efetivo. A partir do ajuste, foram obtidos os parâmetros geotécnicos mostrados na Tabela 4.7.

Amostra	Ângulo de atrito efetivo, \$\overline{o}' (°)	Intercepto coesivo efetivo, c' (kPa)	Ângulo de atrito efetivo, \$\overline{o}'(^{o})	Intercepto coesivo efetivo, c' (kPa)	
	γ	$v = 17 \text{ kN/m}^3$	$\gamma = 19 \text{ kN/m}^3$		
0%CAA	31,8	0	35,4	0	
1%CAA	31,8	4	35,4	4	
3%CAA	33,7	19	36,5	25	
5%CAA	33,7	34	36,9	44	

Tabela 4.7- Parâmetros geotécnicos efetivos obtidos.

Fonte: Autora.

O ângulo de atrito obtido no ensaio para o resíduo puro (Figura 4.23a) está de acordo com os encontrados para resíduo de minério de ferro granulares em estudos anteriores, citados no item 2.3.3 deste trabalho. Os parâmetros geotécnicos obtidos foram determinados conforme a envoltória de pico e para os ensaios com adição de 3 e 5% de CAA (Figura 4.23 c e d, respectivamente) foram constatadas variações no ângulo de atrito interno determinados para o material. Para o peso especifico seco de 17 kN/m³ o ângulo de atrito interno efetivo passou de 31,8 para 33,7°. Houve um aumento de aproximadamente 1,06 vezes, isso é, 5,98% em relação ao valor inicial sem cimento. Já os valores do interceptos coesivos efetivos calculados para as misturas, seguiram a tendência esperada para comportamento de um material cimentado, ou seja, com valores crescentes de intercepto coesivo com o aumento da cimentação entre as partículas. O intercepto coesivo efetivo variou de 0 para o solo não-cimentado até 34 kPa.

Assim como constatado para o peso específico seco menor, os parâmetros geotécnicos obtidos para o peso específico maior, de 19 kN/m³, mostraram um aumento no valor de ângulo de atrito efetivo para os ensaios com adição de 3 e 5% de CAA (Figura 4.23 c e d, respectivamente). O ângulo de atrito interno efetivo passou de 35,4 para 36,9°. Houve um aumento de aproximadamente 1,04 vezes, isso é, 4,24% em relação ao valor inicial sem cimento. Já os valores do interceptos coesivos efetivos calculados para as misturas variou de 0 para o solo não-cimentado até 44 kPa para cimentados.

O acréscimo dos valores dos parâmetros geotécnicos encontrados evidencia a presença da parcela coesiva na mistura com RMF, que antes era inexistente do material. Esta parcela de c' é crescente a adição de CAA, o que evidencia que a adição de mais agente cimentante permitiu que mais quantidades de ligações de partículas fossem criadas e consequentemente maior a resistência mecânica desse sistema.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

De uma forma geral, todas as amostras correspondentes a cada peso específico apresentaram comportamento muito semelhante, diferindo apenas nas magnitudes e inclinações das tensões alcançadas, isto é, quanto maior foi a tensão efetiva, maiores foram as tensões cisalhantes alcançadas. Quanto maior o peso específico seco das amostras, maior o pico de tensão alcançado, mais rígido e maior tendência dilatante o material apresenta, além de que maior deveria ser a queda pós-pico na tensão desviadora (CONSOLI et al. 2022). Observa-se que por outro lado, a geração de poropressão é fortemente negativa para os ensaios, evidenciando a tendência a grandes deformações volumétricas dilatantes em baixos níveis de tensão. Alguns autores (por exemplo, AIREY (1993), COOP E WILLSON (2003), CONSOLI et al. (2012)), a partir do estudo de diferentes areias cimentadas artificialmente e naturalmente, concordam que em altas tensões de confinamento (superiores as apresentadas) as deformações volumétricas tendem à compressão ou então a geração de poropressão tende a valores positivos. Além disso, um comportamento coesivo (dominado por cimento) em baixas tensões de confinamento e/ou altos teores de cimento tende a evoluir para um comportamento friccional (dominado pela matriz de areia) em altas tensões de confinamento e/ou baixos teores de cimento (Consoli et al. 2022).

A partir do apresentado nessa seção é possível observar, por meio de ensaios simple shear, o efeito causado no comportamento mecânico do RMF a adição de CAA proposto nesta pesquisa. Repetidamente é possível concluir o impacto positivo no comportamento do material a partir da adição do CAA proposto, já que promoveu o aumento de resistência, rigidez inicial e parâmetros geotécnicos do material, assim como a redução da tendência contrativa do material. Sendo assim, como amplamente referenciado na literatura (BRUSCHI *et al.* 2021, DOS SANTOS *et al.* 2022, JASKULSKI. 2022, SERVI *et al.* 2022) é factual o impacto positivo e efetividade na melhora das propriedades mecânica a utilização de cimentos alternativos na estabilização de resíduos de mineração.

4.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS)

Como já referido, através dos resultados de MEV buscou-se avaliar de forma visual eventuais transformações na morfologia da microestrutura do resíduo de minério de ferro em decorrência das adições de metacaulim e silicato de sódio, em um ambiente hidratado. Os resultados verificados com o EDS possibilitaram a avaliação da composição química elementar

das misturas e em determinados pontos de interesse. Logo, comparações com o resíduo de minério de ferro em seu estado natural foram possíveis. A apresentação dos resultados inicia com as imagens de MEV comparativas para cada mistura, seguida de conclusões e apresentação dos resultados de EDS para locais considerados de interesse.

A Figura 4.24 e Figura 4.25, expostas na sequência, apresentam os resultados dos ensaios de MEV para a 0, 1, 3 e 5 % CAA, curada a 23°C durante 7 dias, com ampliações de 100 e 500 vezes, respectivamente.





Figura 4.24 - Imagem MEV 100 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c) 3% CAA e (d) 5% CAA.

Pelas imagens representadas na Figura 4.24 pode-se visualizar as misturas com pouca ampliação, mas suficiente para observar que o resíduo de mineração (Figura 4.24 a), caracterizado pela ausência de ligação entre partícula passa a apresentar ligações entre partículas à medida que se aumenta o teor de cimento. Micrografias com maior taxa de ampliação, como a Figura 4.25 apresenta a tendência de que, conforme o teor de cimento aumenta, se observa um incremento das ligações entre as partículas, produtos das reações cimentícias. Por isso, o esqueleto geral parece mais homogêneos com o incremento na quantidade de cimento. Isso fica claro ao comparar as micrografias da Figura 4.25(b) (1% de CAA) e Figura 4.25(d) (5% de CAA). Neste último, a estrutura parece mais condensada.





Helena Portela Farenzena (helenapfarenzena@gmail.com). Dissertação de Mestrado. PPGEC/UFRGS. 2023.

Figura 4.25 - Imagem MEV 500 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c) 3% CAA e (d) 5% CAA.

De maneira análoga ao apresentado anteriormente, a Figura 4.26 expõe os resultados dos ensaios de MEV para 0, 1, 3 e 5% CAA curada a 23°C durante 7 dias, ampliada em 1.000 vezes. A Figura 4.27, Figura 4.28, Figura 4.29 e Figura 4.30 expõem os resultados de EDS contendo a composição química para os resultados apresentados na Figura 4.26.



(a)

(b)





(d)

Figura 4.26 - Imagem MEV 1.000 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c) 3% CAA e (d) 5% CAA.

Da Figura 4.26 (b), (c), (d), quando comparadas às do resíduo puro (Figura 4.26a), percebe-se que as partículas com CAA estão envoltas, em diferentes proporções, pôr o que se

julga produtos de reações. Garcia-Lodeiro *et al.* (2012) pontuam que a ativação alcalina de materiais ricos em sílica e alumina (com baixo teor de cálcio), como cinzas volantes e metacaulim, levam à precipitação do principal produto da reação, um hidrato de aluminossilicato alcalino amorfo (Mn-(SiO₂) - (AlO₂)n.wH₂O) conhecido como gel N-A-S-H. Segundo García-Lodeiro et al. (2010), o gel N-A-S-H apresenta uma estrutura tridimensional, onde os tetraedros de silício e alumínio são distribuídos aleatoriamente.

Os resultados de EDS das regiões 8 e 9, destacadas na Figura 4.26a, são apresentados a seguir na Figura 4.27. Nota-se que a primeira (região 8) é relativa a uma partícula do resíduo na qual há a presença de elementos pontos mais claros da imagem, os quais acredita-se corresponder ao ferro (Fe), evidenciando a possível presença de minerais como, hematita. A segunda (região 9), por sua vez, a presença de minerais em tons mais escuros, que se acredita representar minerais como o quartzo. Estes resultados são corroborados pelos resultados anteriormente apresentados de DRX e FRX do RMF.



Figura 4.27 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na (a) área 8 e (b) área 9.

Os resultados de EDS das regiões 10 e 11, destacadas na Figura 4.26 (b), são apresentados a seguir na Figura 4.28. Nota-se que ambas são de locais que apresentam possíveis produtos de reações por conta da adição de CAA. Como apresentado, acredita-se que esses elementos são géis N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado). Esse gel é característico da

utilização dos precursores com baixos conteúdos de cálcio, como o metacaulim (PACHECO-TORGAL *et al.*, 2015). Coerentemente, o EDS identifica pequenas quantidades de sódio e observa-se também um aumento de ferro na mistura, já que tanto o MK quanto o SS apresentam presença de hematita em seus DRX.



Figura 4.28 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na (a) área 10 e (b) área 11.

Os resultados de EDS das regiões 12 e 13, destacadas na Figura 4.26c, são apresentados a seguir na Figura 4.29. Nota-se que ambas são de locais que apresentam maiores ligações entre partículas, que se acredita ser produtos de reações por conta da adição de CAA. Pelo EDS acredita-se que maiores quantidade de gel N-A-S-H foi formado nesta proporção quando comparado a anterior já que o EDS identifica maiores quantidades de sódio. Além disso, observa-se também a presença de pequenas quantidades de cálcio, até então não identificadas, acredita-se que essas pequenas quantidades de cálcio possam estar atreladas a quantidades do precursor MK, que não reagiram. Seriam necessários ensaios de DRX e FRX das misturas para averiguar de maneira mais precisa os produtos de reação gerados.



Figura 4.29 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na (a) área 12 e (b) área 13.

Os resultados de EDS das regiões 14 e 15, destacadas na Figura 4.26c, são apresentados a seguir na Figura 4.30. Nota-se que ambas são de locais que apresentam maiores ligações entre partículas, que se acredita ser produtos de reações por conta da adição de CAA. Pelo EDS acredita-se que maiores quantidade de gel N-A-S-H foram formados, indicado pela maior quantidade de sódio no EDS. Como na análise de EDS anterior, observa-se também a presença de pequenas quantidades de cálcio, acredita-se que essas pequenas quantidades de cálcio possam estar atreladas ao partículas do precursor MK que não reagiram. Seriam necessários ensaios de DRX e FRX das misturas para averiguar de maneira mais precisa os produtos de reação gerados.



Figura 4.30 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na (a) área 14 e (b) área 15.

As imagens de MEV para a ampliação de 2.000 vezes das amostras com 0, 1, 3 e 5% CAA curadas a 23°C ao longo de 7 dias são expostas na Figura 4.31. O padrão de apresentação é o mesmo utilizado anteriormente. As tendências até então encontradas são corroboradas pelas micrografias com maior taxa de ampliação, em que se nota que os produtos de reação do cimento aumentam as ligações interparticulares. A Figura 4.32, Figura 4.33 e Figura 4.34 expõem os resultados de EDS contendo a composição química para os resultados apresentados na Figura 4.31.



Figura 4.31 - Imagem MEV 2.000 vezes de ampliação para (a) 0% CAA (b) 1% CAA (c) 3% CAA e (d) 5% CAA.

Para a análise da Figura 4.31 (a), evidencia-se um comportamento típico em relação à morfologia: a presença de partículas de hematita aglomeradas menores na superfície de partículas planas de quartzo grandes regulares, semelhantes à mostrada por vários autores (GOU *et al.*, 2019; REID E FANNI, 2020; REID *et al.*, 2022;). Corrobora-se o apresentado pelo EDS da área 16 (Figura 4.32).



Figura 4.32 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na área 16.

Para a análise da Figura 4.31(b), quando se compara a micrografia do resíduo puro com o cimentado é possível observar que as partículas do resíduo são cobertas por elementos que aparentam ser produtos de reação, acredita-se que esses elementos são géis N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado). Corrobora-se o apresentado pelo EDS da área 17 (Figura 4.33).



Figura 4.33 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na área 17.

Confirmando os resultados explanados, a Figura 4.34 apresenta os EDS para área 18 e 19, locais que apresentam ligações entre partículas e produtos de reações por conta da adição de 3 e 5% de CAA, respectivamente. O EDS confirma maiores quantidade de gel N-A-S-H foram formados, indicado pela maior quantidade de sódio. De forma que maiores quantidades de sódios são apresentadas para maior proporção de CAA adicionada (5% CAA). Observa-se em ambas as áreas a presença de pequenas quantidades de cálcio, como apresentado acreditase estar atreladas ao precursor MK não reagido. Seriam necessários ensaios de DRX e FRX das misturas para averiguar de maneira mais precisa os produtos de reação gerados.



Figura 4.34 - EDS com percentual semiquantitativo de massa de elementos em partículas da mistura de CAA na (a) área 18 e (b) área 19.

Por fim, observa-se que, mesmo que a adição de 1% CAA não tenha aumentado significativamente a resistência quando comparado a 0% CAA, encontra-se proporções de produtos de reação nesses materiais oriundos da adição do cimento. A maior quantidade de produtos de reações é encontrada na mistura com 5% CAA, isso pode explicar a maior resistência mecânica encontrada nos ensaios simple shear, assim como o maior impacto positivo no comportamento do material. Sendo assim, as microscopias permitem compreender e ilustrar por que se encontrou um material mais coeso e interligado com maiores proporções de cimento. Essas conclusões, evidenciam novamente que o cimento alternativo proposto se mostra uma opção viável e capaz de alterar o comportamento do RMF, atuando como um agente cimentante efetivo.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 CONCLUSÕES

O presente trabalho objetivou apresentar um metacaulim e silicato de sódio alternativo e utilizá-los como precursor e ativador de maneira a preencher lacunas no conhecimento acerca de ligantes álcali ativados e a compreender a viabilidade de aplicação destes materiais como estabilizantes de materiais geotécnicos não convencionais, como o resíduo de minério de ferro. Os resultados obtidos contribuem para uma melhor compreensão acerca do comportamento mecânico das misturas artificialmente cimentadas sob condições de análise microestrutural da matriz cimentante e ensaios *simple shear*.

Com base nos resultados obtidos no estudo é possível estabelecer as seguintes conclusões:

a) **Quanto à caracterização dos resíduos de minério de ferro:** Os resíduos de minério de ferro apresentaram um comportamento não plástico e, com base em sua distribuição granulométrica, foram classificados como areia siltosa. A partir da análise da composição mineralógica, foi possível observar que o material apresentava três fases cristalinas: quartzo – SiO_2 , caulinita – $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ e hematita – Fe_2O_3 . Além disso, o material foi majoritariamente composto por silício (69,84%), seguido de ferro (22,02%) e alumínio (6,26%). Por fim, ensaios de microscopia eletrônica permitem observar o resíduo de minério de ferro estudado composto por partículas de formas angulares, com a superfície aparentemente rugosa.

b) **Quanto à caracterização do precursor- metacaulim alternativo:** A partir da análise da composição mineralógica, foi possível observar que o metacaulim apresentava natureza semicristalina, com alguns picos e um halo de amorfização aparente entre os 20 e 30 graus, encontra-se: hematita – Fe_2O_3 , moscovita - $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$ e quartzo – SiO_2 . Além disso, o material foi majoritariamente composto por silício (48,99%), alumínio (40,80%) e cálcio (2,74%). Por fim, ensaios de microscopia eletrônica permitem observar o metacaulim estudado predominantemente de partículas planas na forma. O metacaulim embora subproduto da mineração, têm propriedades físicas, químicas e mineralógicas similares aquelas relatas para metacaulim convencional. A principal diferença de reatividade reside em certas impurezas

atreladas a origem do material. O conhecimento acerca das características destes materiais é de fundamental importância para definir sua possibilidade de uso;

c) **Quanto à caracterização do ativador- silicato de sódio alternativo:** A partir da análise da composição mineralógica, foi possível observar que o silicato de sódio apresentava natureza semicristalina, com pequeno halo de amorfização aparente entre os 30 e 40 graus, encontra-se: silicato de sódio - Na_2SiO_3 , quartzo - SiO_2 , hematita - Fe_2O_3 e carbonato de sódio - Na_2CO_3 . Além disso, o material foi majoritariamente composto por sódio (51,70%), silício (42,05%) e ferro (4,42%). Assim como o metacaulim, o silicato de sódio embora subproduto da mineração, têm propriedades físicas, químicas e mineralógicas similares aquelas relatas para o convencional. A principal diferença de reatividade reside em certas impurezas atreladas a origem do material. O conhecimento acerca das características destes materiais é de fundamental importância para definir sua possibilidade de uso;

d) **Quanto aos ensaios de compressão simples (RCS):** Observa-se que, com o aumento da relação MK/SS ocorre a diminuição da resistência a compressão simples para o tempo de cura fixado nesta pesquisa. A metodologia estatística para análise dos resultados de RCS foi a de análise de variância (ANOVA) mediante ao modelo de um fator (ONEWAY ANOVA) com nível de significância de 5% (0,05), ou seja, confiabilidade do estudo de 95%. A partir de uma análise estatística, foi obtida a proporção entre metacaulim e silicato de sódio, definida na relação MK/SS=1,03 (correspondente a uma relação 51/49 de MK/SS).

e) **Quanto aos resultados do ensaio** *simple shear*: As resistências não-drenadas apresentaram comportamento proporcional a adição de cimento, sendo crescentes para 1, 3% e com maior resistência em 5%, respectivamente. O pico de resistência mais evidente é para 5% de CAA. A geração de poropressão e tensão vertical efetiva demonstra o efeito da cimentação nos corpos de prova, de maneira que se observa a redução de poropressão positiva à medida que se aumenta a quantidade de CAA, este comportamento indica que as amostras cimentadas reduziram a tendência de compressão da amostra. Observa-se também que o aumento da tensão de confinante promove um aumento de resistência das amostras, assim como ocorre a supressão gradual da tendência de dilatação. Sendo assim, evidenciam o maior impacto na resistência não drenada do sistema resíduo-ligante álcali ativado a partir de proporções de 3%, entretanto a adição de 1% CAA foi suficiente para reduzir a tendência compressiva das amostras sem cimentação.

Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo

f) Quanto aos pesos específicos aparentes secos adotados: Observou-se que a resistência não-drenada aumenta com a redução do índice de vazios da mistura compactada. Assim, nota-se que o aumento do peso aparente específico seco resulta em uma maior área de contato entre as partículas componentes do material, aumentando o fenômeno de intertravamento e a resistência devido à maior mobilização por atrito.

g) **Quanto a estimativa de parâmetros geotécnicos de interesse:** Para o peso específico seco de 17 kN/m³ o ângulo de atrito interno efetivo passou de 31,8° para 33,7°. Houve um aumento de aproximadamente 1,06 vezes, isso é, 5,98% em relação ao valor inicial sem cimento. Já os valores do interceptos coesivos efetivos calculados para as misturas, seguiram a tendência esperada para comportamento de um material cimentado, ou seja, com valores crescentes de intercepto coesivo com o aumento da cimentação entre as partículas. O intercepto coesivo efetivo variou de 0 para o solo não-cimentado até 34 kPa. Para o peso específico maior, de 19 kN/m³, o ângulo de atrito interno efetivo passou de 35,4 para 36,9°. Houve um aumento de aproximadamente 1,04 vezes, isso é, 4,24% em relação ao valor inicial sem cimento. Já os valores do interceptos coesivos efetivos calculados para as misturas variou de 0 para o solo não-cimentado até 44 kPa para cimentados.

h) **Quanto ao módulo cisalhante inicial:** Observa-se a melhora no módulo cisalhante inicial mesmo com a menor porcentagem de agente cimentante (1%CAA), entretanto em diferente proporção quando comparado com a adição de 3% e 5% de CAA. Para os ensaios de 19 kN/m³ e 1% de CAA o aumento em relação ao rejeito puro foi em média 6,7%, já para os ensaios de 3% de CAA a média foi de 31,2% enquanto que o maior aumento encontrado foi de 42,5%, em média, para 5% de CAA. Para os ensaios de 19 kN/m³ e 1% de CAA o aumento em relação ao rejeito puro foi em média foi de 29,5% enquanto que o maior aumento encontrado foi de 35,6%, em média, para 5% de CAA. Pode-se observar que o aumento da rigidez inicial para os corpos de prova com menor peso especifico foi maior do que para aqueles com peso especifico maior.

i) **Quanto a caracterização microestrutural das misturas propostas:** Observa-se que o resíduo de mineração caracterizado pela ausência de ligação entre partícula passa a apresentar ligações entre partículas, a partir de 1% CAA e o aumento das ligações à medida que se incrementa o teor de cimento. A partir de EDS, as amostras de 1% CAA evidenciam produtos de reações denominado géis N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado), gel característico da utilização dos precursores com baixos conteúdos de cálcio, como o metacaulim. Entretanto

como o metacaulim estudado apresenta uma quantidade de cálcio anteriormente indicada, EDS para amostras de 3% e 5% de CAA evidenciam predominantemente géis N-A-S-H (alumino silicato de sódio hidratado) mas também pequenas quantidades de cálcio que se atrela a algumas partículas de metacaulim que não reagiram. De maneira geral, mudanças microestruturais são encontradas para as três proporções de cimento, sendo mais evidente para a amostra de 5% CAA.

j) **Quanto ao cimento álcali ativado (CAA):** Por fim, com base nos resultados obtidos neste estudo obteve-se um CAA pelo método "One-part" utilizando como precursor um metacaulim alternativo e ativado por um silicato de sódio alternativo (ambos caracterizados na presente pesquisa). Os resultados confirmaram a viabilidade cimento alternativo, evidenciando a melhora do desempenho, comportamento mecânico e macroestrutural das misturas com CAA em relação ao RMF puro. Ademais, por ser desenvolvido pelo processo de mistura pré-seco (One-part) e por utilizar temperatura ambiente permite maior praticidade e possibilidade de aplicação, para utilização futuras em campo.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

 a) Avaliação da classificação ambiental do resíduo de minério de ferro estabilizado com o CAA desenvolvido na presente pesquisa, com a finalidade de observar a presença de metais pesados e o efeito de encapsulamento por cimentação;

 b) Avaliação da influência da água, temperatura e tempo de cura na resistência do CAA desenvolvido na presente pesquisa;

c) Realização de ensaios DRX e FRX nas misturas para avaliar os compostos gerados e modificações.

 d) Execução de um projeto fatorial completo, incluindo, assim, mais níveis em cada um dos fatores controláveis, com posterior comparação dos resultados obtidos com os verificados no presente a trabalho.

e) Inserção de uma fonte de cálcio de forma a observar o impacto da utilização de um precursor rico em cálcio em comparação a presente pesquisa.

 f) Realizar análise de ciclo de vida (ACV) nas misturas aqui propostas de modo a efetivamente avaliar o desempenho ambiental dessas;

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

AGÊNCIA NACIONAL DE TRANSPORTES TERRESTRES. Recurso de Desenvolvimento Tecnológico (RDT): Estudo da viabilidade técnica de utilização de rejeito de minério de ferro em pavimentos rodoviários. Nova Lima, 2018. 80 p.

AHMARI, S.; ZHANG, L.; ZHANG, J. Effects of activator type/concentration and curing temperature on alkali-activated binder based on copper mine tailings. Journal of Materials Science, [s. l.], v. 47, n. 16, p. 5933 5945, 2012. http://link.springer.com/10.1007/s10853-012-6497-9

AIREY, D. W.; BUDHU, M.; WOOD, D. M. (1985). Some aspects of the behavior of soils in simple shear. Proceedings Symposium on Developments in Soil Mechanics and Foundation Engineering. P.K. Banerjee and R. Butterfield (eds.), vol. 2, p. 185-213.

AIREY, D. W.; WOOD, D. M. (1984). Discussion on specimen size effect in simple shear test. Journal of Geotechnical Engineering, v. 110, n. GT3, p. 439-442.

AIREY, D.W. Triaxial testing of naturally cemented carbonate soil. Journal of Geotechnical Engineering, New York, v.119, n.9, p. 1379-1398,1993. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1993)119:9(1379)

ALAM, S.; DAS, S. K.; RAO, B. H. Strength and durability characteristic of alkali activated GGBS stabilized red mud as geo-material. Construction and Building Materials, [s. 1.], v. 211, p. 932 942, 2019.https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.261

ALSHAREDAH, Y. A. Slope stability enhancement of an upstream tailings dam: Laboratory testing and numerical modelling. 2015. 159 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, Western University.

AMEC Rosemont Copper Company Filtered Tailings Dry Stacks Current State of Practice Final Report. Available online: https://www.rosemonteis.us/files/technicalreports/012312.pdf

Helena Portela Farenzena (helenapfarenzena@gmail.com). Dissertação de Mestrado. PPGEC/UFRGS. 2023.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. D5102: Unconfined compressive strength of soil-lime mixture, 2009.

AMOAH, N. (2019) Large-Scale Tailings Filtration and Dry Stacking at Karara Magnetite Iron Ore Operation. In Proceedings of the Tailings and Mine Waste, Vancouver, BC, Canada, 17–20 November 2019.

ANSEAU, M.R., LEUNG, J.P., SAHAI, N., SWADDLE, T.W., Interactions of silicate ions with zinc (II) and aluminium (III) in alkali aqueous solution, Inorg. Chem. 44 (22) (2005) 8023–8032.

ARAUJO, A. C., AMARANTE, S. C., SOUZA, C. C., & SILVA, R. R. R. (2003). Ore mineralogy and its relevance for selection of concentration methods in processing of Brazilian iron ores. Mineral Processing and Extractive Metallurgy, 112(1): 54–64.

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

ARMSTRONG, M. et al. Accounting for tailings dam failures in the valuation of mining projects. Resources Policy, [s. l.], v. 63, n. May, p. 101461, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.resourpol.2019.101461>

ASSIS A., ESPÓSITO, T. Construção de barragens de rejeito sob uma visão geotécnica. Anais III Simpósio Sobre Barragens de Rejeitos e Disposição de Resíduos – REGEO, pp. 240-273. 1995.

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

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

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12025: Solo-cimento –Ensaio de compressão simples de corpos de prova cilíndricos – Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2012. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12253: Solo-cimento –Dosagem para emprego como camada de pavimento. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12254: Solo-cimento -Execução de base de solo-cimento - Procedimento. Rio de Janeiro, 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12653: Materiais pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro: 2015.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6459: Solo -Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6502: Rochas e solos, 1995.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7180: Solo -Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7181: Solo – Análise granulométrica. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7182: Solo – Ensaio de compactação. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7214: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215: Cimento Portland –Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019.

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

ASTM C618-19 - Standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete. American Society for Testing and Materials, West Conshhocken, PA, 2019.

BAHURUDEEN, A. et al. Performance evaluation of sugarcane bagasse ash blended cement in concrete. Cement and Concrete Composites, [s. l.], v. 59, p. 77 88, 2015. http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2015.03.004

BASHA, E. A. et al. Stabilization of residual soil with rice rusk ash and cement. Construction and Building Materials, n. 19, p. 448-453, 2005

BASTOS, L. A. C. et al. Using iron ore tailings from tailing dams as road material. Journal of Materials in Civil Engineering, [S.L.], v. 28, n. 10, p. 04016102, out. 2016. American Society of Civil Engineers (ASCE). http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943- 5533.0001613.

BAZALUK, O., PETLOVANYI, M., LOZYNSKYI, V., ZUBKO, S., SAI, K., & SAIK, P. (2021). Sustainable Underground Iron Ore Mining in Ukraine with Backfilling Worked-Out Area. Sustainability, 13(2): 834.

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

BELMOKHTAR, N. et al. Comparison of the microstructure and the compressive strength of two geopolymers derived from Metakaolin and an industrial sludge. Construction and Building Materials, v. 146, p. 621–629, 2017.

BERNAL SA, RODRÍGUEZ ED, MEJÍA DE GUTIÉRREZ R, PROVIS JL. Performance at high temperature of alkali-activated slag pastes produced with silica fume and rice husk ash based activators. Mater Constr 2015;65(318):e049.

BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; ROSE, DE GURIERREZ, V.; R. M. Evolution of binder structure in sodium silicate-activated slag-metakaolin blends. Cement and Concrete Composites. Volume 33, Issue 1, 2011, Pages 46-54, ISSN 0958-9465, https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2010.09.004.

BEZERRA, C. G. Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento. 2017. 158 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRJ, Rio de Janeiro.

BOSCHI, A., LOT, A., MELCHIADES, F. Efeito das características das matériasprimas de partida no desempenho de geopolímeros. 60° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Águas de Lindóia, SP, 2016. BRASIL. Lei n° 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos. Diário Oficial da União: Brasília, DF. 2010.

BRUSCHI ET AL. Green stabilization of bauxite tailings: Mechanical study on alkaliactivated materials, Journal of Materials in Civil Engineering/Volume 33 Issue 11 - November 2021.

BRUSCHI, G. J. Estabilização de rejeitos de mineração de bauxita por meio de um sistema ligante álcali-ativado de cinza do bagaço de cana-de-açúcar e cal de carbureto. 2020. 184 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

BURDEN, R.; WILSON, G.W. (2023) Commingling of Waste Rock and Tailings to Improve "Dry Stack" Performance: Design and Evaluation of Mixtures. *Minerals* 2023, *13*, 295. https://doi.org/10.3390/min13020295

BURRIS, L. E. et al. Alternative cementitious materials: Challenges and opportunities. American Concrete Institute, ACI Special Publication, [s. l.], p. 1 10, 2015.

BUTIKOFER, D.; ERICKSON, B.; MARSH, A.; FRIEDEL, R.; MURRAY, L.; PIGGOT, M.J. (2017) Filtered Tailings Disposal Case History: Operation and Design Considerations Part II. In Proceedings of the Tailings and Mine Waste 2017, Banff, AB, USA, 5–8 November 2017.

CARMIGNANO, O. R; VIEIRA, S. S.; TEIXEIRA, A. P. C; LAMEIRAS, F. S; BRANDÃO, F. R. G; LAGO, R. M. Iron ore tailings: Characterization and applications. Journal of the Brazilian Chemical Society. Vol. 32, No. 10, p. 1895-1911, 2021.Disponível em: <a https://dx.doi.org/10.21577/0103-5053.20210100>

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

CHAMON, J. V. AND LAMEIRAS, F. S., 2019. Processo de obtenção de silicato de sódio em pó a partir de rejeito arenoso oriundo do processo de concentração de minério de ferro. Brazil Patent: BR 102019018080-3. Instituto Nacional da Propriedade Industrial - Ministério da Economia/Brasil. https://patentscope.wipo.int/search/pt/search.jsf.

CHAVES, A. P.; FILHO, L. S. L.; BRAGA, P. F. A. Tratamento de minérios: Flotação. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018

CHAVES, L. R. C. Avaliação do desempenho mecânico e hidráulico de uma lama de preenchimento de barreiras verticais com diferentes dosagens e técnicas de cimentação. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Dissertação (Mestrado). Programa de Pósgraduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 2020

CHEN, L.; WANG, Z.; WANG, Y.; FENG, J. Preparation and Properties of Alkali Activated Metakaolin-Based Geopolymer. *Materials* 2016, *9*, 767. https://doi.org/10.3390/ma9090767

CHOW, LC. Development of self-setting calcium phosphate cements. Journal of the Ceramic Society of Japan, 1991, Volume 99, Issue 1154, Pages 954-964, Released on J-STAGE August 06, 2010, Online ISSN 1882-1022, Print ISSN 0914-5400, https://doi.org/10.2109/jcersj.99.954.

Civil) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

COELHO, E. M. Beneficiamento de minérios de ferro. 1984. Tese (Concurso para professor titular) -Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte. Cap.3. 1984

CONSOLI, N. C. ; DA SILVA LOPES, L. ; FOPPA, D. ; HEINECK, K.S. Key parameters dictating strength of lime/cement-treated soils. Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Geotechnical Engineering, [s. l.], v. 162, n. 2, p. 111 118, 2009. https://doi.org/10.1680/geng.2009.162.2.111

CONSOLI, N. C. ; FERREIRA, P.M.V. ; TANG, C-S. ; MARQUES, S.F.V. ; 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, dez. 2016. Elsevier BV. <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.sandf.2016.11.011</u>.

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, v. 133, n. 2, p. 197-205, 2007.

CONSOLI, N. C. A method proposed for the assessment of failure envelopes of cemented sandy soils. Engineering Geology, [S.L.], v. 169, p. 61-68, fev. 2014. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.enggeo.2013.11.016. CONSOLI, N. C.; CARRETA, M.S.; LEON, H.B. Behaviour of cement-stabilised silty sands subjected to harsh environmental conditions. Proceedings of the Institution of Civil Engineers – Geotechnical Engineering, [s. l.], v. 173, n. 1, p. 40 48, 2020. a. https://doi.org/10.1680/jgeen.18.00243

CONSOLI, N. C. ; FESTUGATO, L. ; SCHEUERMANN FILHO, H.C. ; MIGUEL, G.D. ; TEBECHRANI NETO, A. ; 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. b. https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003298

CONSOLI, N. C.; LEON, H.B.; CARRETA, M.S.; DARONCO, J.V.L.; LOURENÇO, D.E. The effects of curing time and temperature on stiffness, strength and durability of sand-environment friendly binder blends. Soils And Foundations, [S.L.], v. 59, n. 5, p. 1428-1439, out. 2019. Elsevier BV. <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.sandf.2019.06.007</u>

CONSOLI, N. C. ; TEBECHRANI NETO, A. ; CORREA, B.R.S. ; SAMANIEGO, R.A.Q. ; CRISTELO, N. Durability evaluation of reclaimed asphalt pavement, ground glass and carbide lime blends based on unconfined compression tests. Transportation Geotechnics, [S.L.], v. 27, p. 100461, mar. 2021. Elsevier BV. http://dx.doi.org/10.1016/j.trgeo.2020.100461.

CONSOLI, N. C., & TOMASI, L. F. (2018). The impact of dry unit weight and cement content on the durability of sand-cement blends. Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Ground Improvement, 171(2), 96–102. doi:10.1680/jgrim.17.00034

CONSOLI, N. C., DA SILVA, A. P., NIERWINSKI, H. P., & SOSNOSKI, J. (2018). Durability, strength, and stiffness of compacted gold tailings – cement mixes. Canadian Geotechnical Journal, 55(4), 486–494. doi:10.1139/cgj-2016-0391

CONSOLI, N. C.; CRUZ, R. C.; CONSOLI, B. C.; MAGHOUS, S. Failure envelope of artificially cemented sand. Géotechnique, v. 62, n. 6, p. 543–547, 2012a

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.; FONSECA, A. V.; SILVA, S. R.; CRUZ, R. C.; FONINI, A. Parameters controlling stiffness and strength of artificially cemented soils. Géotechnique, v. 62, n. 2, p. 177–183, 2012c

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, v. 133, n. 2, p. 197–205, 2007.

CONSOLI, N. C.; MARIN, E. J. B.; SAMANIEGO, R. A. Q.; HEINECK, K. S.; JOHANN, A. D. R. Use of sustainable binders in soil stabilization. Journal of Materials in Civil Engineering, v. 31, n. 2, p. 7, 2019.

CONSOLI, N.C., FERREIRA, P.M.V., TANG, C-S., MARQUES, S.F.V., FESTUGATO, L., CORTE, M.B. A unique relationship determining strength of silty/clayey soils – Portland cement mixes. Soils and Foundations, Volume 56, Issue 6, 2016, Pages 1082-1088, ISSN 0038-0806, https://doi.org/10.1016/j.sandf.2016.11.011.

CONSOLI, N.C.; CRUZ, R.C.; DA FONSECA, A.V.; COOP, M.R. Influence of cement-voids ratio on stress-dilatancy behavior of artificially cemented sand. J. Geotech. Geoenvironmental Eng. 2012b, 138, 100–109. https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0000565

CONSOLI, N.C.; PÁRRAGA MORALES, D.; SALDANHA, R.B. A new approach for stabilization of lateritic soil with Portland cement and sand: strength and durability. Acta Geotech. 16, 1473–1486 (2021). https://doi.org/10.1007/s11440-020-01136-y

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. Appl. Sci. 2022, 12, 836. https://doi.org/10.3390/ app12020836

COOP, M.R.; WILLSON, S.M. Behavior of hydrocarbon reservoir sands and sandstones. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 2003, 129, 1010–1019. https://doi.org/10.1061/(ASCE)1090-0241(2003)129:11(1010)

CORRÊA-SILVA, M., MIRANDA, T., ROUAINIA, M., ARAÚJO, N., GLENDINNING, S., & CRISTELO, N. (2020). Geomechanical behaviour of a soft soil stabilised with alkali-activated blast furnace slags. Journal of Cleaner Production, 267: 122017.

CORTE, M. B. Desenvolvimento de equipamento para ensaios simple shear. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2016. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Civil, Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

CORTE, M.B.; FESTUGATO, L. and CONSOLI, N.C. (2016) Shear Strength of a Sand Under Plane Strain Conditions. Geotechnical Engineering in the XXI Century: Lessons learned and future challenges. doi:10.3233/STAL190023

CRISTELO, N., MIRANDA, T., OLIVEIRA, D.V., ROSA, I., SOARES, E., COELHO, P., FERNANDES, L., 2015. Assessing the production of jet mix columns using alkali activated waste based on mechanical and financial performance and CO2 (eq) emissions. J. Clean. Prod. 102, 447–460. doi:10.1016/j.jclepro.2015.04.102

CRYSTAL, C.; HORE, C. (2018) Filter-Pressed Dry Stacking: Design Considerations Based on Practial Experience. In Proceedings of the Tailings and Mine Waste 2018, Keystone, CO, USA, 30 September–2 October 2018.

D'AZEREDO ORLANDO, M. T., GALVÃO, E. S., SANT'ANA CAVICHINI, A., GABRIG TURBAY RANGEL, C. V., PINHEIRO ORLANDO, C. G., GRILO, C. F., SOARES, J., SANTOS OLIVEIRA, K. S., SÁ, F., JUNIOR, A. C., BASTOS, A. C., & DA SILVA QUARESMA, V. (2020). Tracing iron ore tailings in the marine environment: An investigation of the Fundão dam failure. Chemosphere, Elsevier Ltd, 257: 127184.

DA ROCHA CG, PASSUELLO A, CONSOLI NC, QUIÑÓNEZ SAMANIEGO RA, KANAZAWA NM, Life cycle assessment for soil stabilization dosages: A study for the Paraguayan Chaco, Journal of Cleaner Production (2016), doi: 10.1016/j.jclepro.2016.07.219

DAL MOLIN, D. C. C. Adições minerais para concreto estrutural. In: ISAIA, G. C (Ed.). Concreto: ensino, pesquisa e realizações. São Paulo: Instituto Brasileiro do Concreto, vol.1, cap.12, p. 345-380, 2005.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic polymeric new materials. J. Therm. Anal., 37, 1633–1656, 1991.

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

DAVIDOVITS, J. Synthetic mineral polymer compound of the silicoaluminates family and preparation process, US Patent, 4, 472, 1981.
DAVIES, M. (2011). Filtered dry stacked tailings: The fundamentals. Tailings and Mine Waste Conference, Vancouver, Canada: The University of British Columbia. https://doi.org/10.14288/1.0107683.

DAVIES, M.P.; T.E. MARTIN. Upstream constructed tailings dams - A review of the basics. In, Tailings and Mine Waste 2000, Fort Collins, January, Balkema Publishers, pp. 3-15, 2000.

DOHERTY, J. P.; FAHEY, M. (2011). A three-dimensional finite element study of the direct simple shear test. Proceedings. 2nd Int. Symp. on Frontiers in Offshore Geotechnics, ISFOG2, Perth, Western Australia 1, 341–346.

DOS SANTOS, C.P.; BRUSCHI, G.J.; MATTOS, J.R.G.; CONSOLI, N.C. (2022) Stabilization of gold mining tailings with alkali-activated carbide lime and sugarcane bagasse ash. Transportation Geotechnics, 32 (November 2021): 100704

DRIESSENS, F.C.M., BOLTONG, M.G., BERMÚDEZ, O., PLANELL, J.A. Formulation and setting times of some calcium orthophosphate cements: a pilot study, Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v. 4, p. 503-508, 1993.

DUARTE, A. P. (2008). Classificação das barragens de contenção de rejeitos de mineração e de resíduos industriais no estado de Minas Gerais em relação ao potencial de risco. Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG. Dissertação de Mestrado. Belo Horizonte.

DUCHESNE, J.; DOYE, I. Effectiveness of covers and liners made of red mud bauxite and/or cement kiln dust for limiting acid mine drainage. Journal of Environmental Engineering, [s. l.], v. 131, n. 8, p. 1230 1235, 2005.

DUTRA, M. R. Comportamento geomecânico de um rejeito de minério de ferro para baixas e altas tensões de confinamento. 138 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2021.

DUXSON, P. and PROVIS, J. Designing precursors for geopolymer cements. Journal of the American Ceramic Society, 91(12), 3864-3869, 2008.

DUXSON, P.; FÉRNANDEZ-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, v. 42, n. 9, p. 2917–2933, 2007a. DOI: 10.1007/s10853-006-0637-z.

DUXSON, P.; LUKEY, G. C.; SEPAROVIC, F. AND VAN DEVENTER, J. S. J. Effect of alkali cations on aluminium incorporation in geopolymeric gels, Ind. Eng. Chem. Res. 44, 832–839, 2005a.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J.S. J. The role of inorganic polymer technology in the development of 'Green concrete'. Cem. Concr. Res. 37(12), 1590–1597, 2007b.

DUXSON, P.; PROVIS, J.; GRANT, L.; MALLICOAT, S.; KRIVEN, W. AND VAN DEVENTER, J. S. J. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties, Colloids. Surf. 269, 47–58, 2005b.

EDRAKI, M., BAUMGARTL, T., MANLAPIG, E., BRADSHAW, D., FRANKS, D. M., & MORAN, C. J. (2014). Designing mine tailings for better environmental, social and economic outcomes: a review of alternative approaches. Journal of Cleaner Production, Elsevier Ltd, 84(1): 411–420.

EDUOK, E. I. Thermal properties of geopolymer materials. 2016. Dissertação (mestrado em matemática e física) – Institutt for matematikk og naturvitskap - Universitet i Stavanger, Norway.

EPA - Environmental Protection Agency. Desing and evaluation of tailings dams. Technical report, U.S. Environmental Protection Agency (EPA), Washington, USA, 59 p. 1994.

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

FENG, D.; PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. Thermal activation of albite for the synthesis of one-part mix geopolymers. Journal of the American Ceramic Society, v. 95, n. 2, p. 565-572, 2012.

FERNANDEZ-JIMÉNEZ, A. Cementos de escorias activadas alcalinamente: Influencia de las variables y modelización del processo. Tese. Universidad Autónoma de Madrid. 2000.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; MONZÓ, M.; VICENT, M.; BARBA, A; PALOMO, A. Alkaline activation of metakaolin–fly ash mixtures: Obtain of zeoceramics and zeocements, microporous and mesoporous materials, Volume 108, Issues 1–3, 2008, Pages 41-49, ISSN 1387-1811, https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2007.03.024.

FERREIRA, H., & LEITE, M. G. P. (2015). A Life Cycle Assessment study of iron ore mining. Journal of Cleaner Production, 108, 1081–1091. doi:10.1016/j.jclepro.2015.05.140

FESTUGATO, L. et al. Modelling tensile/compressive strength ratio of fibre reinforced cemented soils. Geotextiles and Geomembranes, [s. l.], v. 46, n. 2, p. 155165, 2018. https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.11.003

FESTUGATO, L.; FOURIE, A.; CONSOLI, N. C. (2013). Cyclic shear response of fibre-reinforced cemented paste backfill. Géotechnique Letters, v. 3, n. 1, p. 5-12.

FILIPPOV, L. O.; SEVEROV, V. V.; FILIPPOVA, I. V. An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation, Int. J. Miner. Process. 127, 62-69. 2014.

FLETCHER, R.A., MACKENZIE, K.J.D., NICHOLSON, C.L., SHIMADA, S., The composition range of aluminosilicate polymers, J. Eur. Ceram. Soc. 25 (2005) 1471–1477.

FONTES, W. C., FONTES, G. G., COSTA, E. C. P., MENDES, J. C., SILVA, G. J. B., & PEIXOTO, R. A. F. (2018). Iron ore tailings in the production of cement tiles: a value analysis on building sustainability. Ambiente Construído, 18(4): 395–412.

FOTOVVAT, A.R., SADREKARIMI A. (2022). Instability of a gold mine tailings subjected to different stress paths. J Geotech Geoenviron Eng; 148:04022020. https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0002780.

FOURIE, A; TORREZ-CRUZ, L.A. Geotechnics of mine tailings: A 2022 State of the Art. 20th International Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Sydney 2022. Australia, ISBN 978-0-9946261-6-5

FRANKE, E.; KIEBUSCH, M. SCHUPPENER, B. (1979). A new direct simple shear device. Geotechnical Testing Journal, v. 2, n. 4, p. 190-199.

FRÍAS M (2006a) Study of hydrated phases present in a MK–lime system cured at 60° C and 60 months of reaction. Cement and Concrete Research 36(5): 827–831.

GAO, K.; LIN, K-L.; WANG, D.; HWANG, C-L.; SHIU, H-S.; CHANG, Y-M.; CHENG, T-W. Effects SiO₂/Na₂O molar ratio on mechanical properties and the microstructure of nano-SiO₂ metakaolin-based geopolymers. Construction and Building Materials, v. 53, p. 503–510, 2014.

GARCÍA-LODEIRO, I., FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A., PALOMO, A., MACPHEE, D. E. Effect of calcium additions on N-A-S-H cementitious gels, Journal American Ceramic Society, [s. l.], v. 93, n. 7, p. 1934-1940, 2010.

GARCÍA-LODEIRO, I., FERNÁNDEZ-JIMENEZ, A., PALOMO, A., MACPHEE, D. E. Effect of calcium additions on N-A-S-H cementitious gels, Journal American Ceramic Society, [s. l.], v. 93, n. 7, p. 1934-1940, 2010.

GARCÍA-LODEIRO, I., MALTSEVA, O., PALOMO, A., FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. (2012) Hybrid alkaline cements: part i. fundamentals. Romanian Journal of Materials 2012, 42 (4), 330 – 335

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. In: CHINDAPRASIT, F. P.-T. J. L. C. L. A. P. P. Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes. [S.l.]: Woodhead Publishing, v. 1, 2015. p. 19-47.

GENS, A.; NOVA, R. Conceptual bases for a constitutive model for bonded soils and weak rocks. Geotechinical Engineering of Hard Soils-Soft Rocks. Rotterdam: A.A. Balkema, 1993, p. 485-494.

GENTIL, G. A. Avaliação da estabilização química de um rejeito de minério de ferro para a aplicação em infraestrutura de pavimentos. 92 p. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) — Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2020.

GERALDO, R. H.; GONÇALVES, J. P.; CAMARINI, G. (2022). Production process of an eco-friendly one-part alkali-activated binder. Materials Research, 25(Mat. Res., 2022 25). https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0433

GIMÉNEZ-GARCÍA, R., VIGIL DE LA VILLA MENCÍA, R., RUBIO, V., & FRÍAS, M. (2016). The transformation of coal-mining waste minerals in the pozzolanic reactions of cements. Minerals, 6(3), 64. doi:10.3390/min6030064

GLASBY, T.; DAY, J.; GENRICH, R.; ALDRED, J. EFC geopolymer concrete aircraft pavements at Brisbane West Wellcamp Airport. In: 27th Biennial National Conference of the Concrete Institute of Australia in conjunction with the 69th RILEM Week, 2015, Melbourne. Concrete 2015, Melbourne: Concrete Institute of Australia, 2015. p. 1051–1059.

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

GOMES, L. E. O.; CORREA, L.B.; SÁ, F.; RODRIGUES NETO, R.; BERNARDINO, A.F. The impacts of the Samarco mine tailing spill on the Rio Doce estuary, Eastern Brazil. Marine Pollution Bulletin, [s. l.], v. 120, n. 1 2, p. 2836, 2017. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.04.056

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

GOU, M., ZHOU, L., & THEN, N. W. Y. (2019). Utilization of tailings in cement and concrete: A review. Science and Engineering of Composite Materials, 26(1): 449–464.

GREEN, P. De-Watering Coal Refuse. Coal Age 1981, 86, 145–157.

HAJIMOHAMMADI, A.; PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. One-part geopolymer mixes from geothermal silica and sodium aluminate. Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 47, n. 23, p. 9396-9405, 2008.

HAJIMOHAMMADI, A.; PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. The effect of silica availability on the mechanism of geopolymerisation. Cement and Concrete Research, v. 41, n. 3, p. 210-216, 2011.

HE, J., ZHANG, J., YU, Y., & ZHANG, G. The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: A comparative study. Construction and Building Materials, 30, 80–91, 2012. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.12.011

HU, L., WU, H., ZHANG, L., ZHANG, P., WEN, Q. Geotechnical properties of mine tailings. Journal of Materials in Civil Engineering, [S.L.], London, United Kingdom, v. 29, ed.2, p. 1-10, fev. 2017. American Society of Civil Engineers (ASCE). http://dx.doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001736.

ICOLD & UNEP - International Commission on Large Dams. Bulletin 121: Tailings Dams - Risk of dangerous occurrences, Lessons learnt from practical experiences. Paris, 2001.

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

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). Gestão e manejo de rejeitos de mineração. 1. Ed. Brasília, 128 p., 2016.

JASKULSKI, F. M. Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro submetido a ativação alcalina pelo método "One-part". Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS): Porto Alegre, 2022.

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

JEWELL, J. R. An introduction to tailings. Case studies on tailings management. Ottawa, Canada: United Nations publications, 1998.

JEWELL, R.J.; FOURIE, A.B. (2006) Paste and Thickened Tailings: A Guide; Australian Centre for Geomechanics, The University of Western Australia: Crawley, Australia, 2006; ISBN 0-9756756-4-8.

KLEIN, C.; HURLBUT Jr., C.S. Manual of Mineralogy. 21. Ed. New York, John Wiley & Sons. 681p. 1993.

KLOHN, E. J. The development of current tailing dam design and construction methods. Design and Construction of Tailing Dams, D. Wilson (ed.), Colorado School of Mines, Golden, USA, 1981.

KOLOUŠEK, D.; URBANOVA, M.; ANDERTOVA, J.; HULINSKY, V.; VOREL, J. Preparation, structure and hydrothermal stability of alternative (sodium silicate-free) geopolymers. Journal of Materials Science, v. 42, n. 22, p. 9267–9275, 2007.

KOSSOFF, D.; DUBBIN, W. E.; ALFREDSSON, M.; EDWARDS, S. J.; MACKLIN, M. G.; HUDSON-EDWARDS, K. A. Mine tailings dams: Characteristics, failure, environmental impacts, and remediation. Applied Geochemistry, v. 51, p. 229-245, 2014. https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2014.09.010

KRIVENKO, P. Proceedings of the first international conference on alkaline cements, concretes. VIPOL Stock Company, Kiev, Ukraine, pp 11–129, 1994.

KRIVENKO, P. Why alkaline activation - 60 years of the theory and practice of alkaliactivated materials. Journal of Ceramic Science and Technology, v. 8, n. 3, p. 323–333. 2017.

KUA, T.-A.; ARULRAJAH, A.; HORPIBULSUK, S.; DU, Y-J.; SHEN, S-L. Strength assessment of spent coffee grounds-geopolymer cement utilizing slag and fly ash precursors.

Construction and Building Materials, [s. l.], v. 115, p. 565575, 2016. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.021

KUENZEL, C.; NEVILLE, T.; DONATELLO, S.; VANDEPERRE, L.; BOCCACINI, A.; CHEESEMAN, C. Influence of metakaolin characteristics on the mechanical properties of geopolymers. Applied Clays Science, v.83- 84, p.308-314, 2013.

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

LEMOS, S. G. F. P.; ALMEIDA, M. S. S.; CONSOLI, N. C.; NASCIMENTO, T. Z.; POLIDO, U. F. (2020). Field and laboratory investigation of highly organic clay stabilized with Portland cement. Journal of Materials in Civil Engineering, 32(4), 04020063. doi:10.1061/(asce)mt.1943-5533.0003111

LEROUEIL, S.; HIGHT, D. W. (2003). Behaviour and properties of natural soils and soft rocks. Proceedings Symposium on Characterization and Engineering Properties of Natural Soils, Singapore, Tan et al. (eds.). Swets e Zeitlinger, Lisse. P. 29-254.

LI, C.; SUN, H.; LI, L. A review: The comparison between alkali-activated slag (Si+Ca) and metakaolin (Si+Al) cements, Cem. Conc. Res., vol. 40 ,p.1341–1349, 2010.

LI, W.; COOP, M.R. Mechanical behaviour of Panzhihua iron tailings. Canadian Geotechnical Journal, [S.L.], v. 56, n. 3, p. 420-435, mar. 2019. Canadian Science Publishing. http://dx.doi.org/10.1139/cgj-2018-0032.

LIEW, Y. M.; HEAH, C. Y.; MOHD MUSTAFA, A. B.; KAMARUDIN, H. Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review. Prog. Mater. Sci., vol. 83, pp. 595–629, 2016. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.08.002

LINS, F. A. F. Tratamento de minérios: Concentração gravítica. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018.

LIZCANO, M.; KIM, H.S.; BASU, S.; RADOVIC, M. Mechanical properties of sodium and potassium activated metakaolin based geopolymers. Journal of Materials Science, v. 47, n. 6, p. 2607–2616, 2012.

LOTERO, A. M. C. Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de cerâmica vermelha e cal de carbureto. 2020. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

LUPO, J., HALL, J. (2011). Dry stack tailings - Design considerations. Tailings and Mine Waste'10: Proceedings of the 14th International Conference on Tailings and Mine Waste, Vail, Colorado, USA, 17 - 20 October 2010, Boca Raton, Fla.: CRC Press; 2011

LUUKKONEN, T.; ABDOLLAHNEJAD, Z.; YLINIEMI, J.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. One-part alkali-activated materials: A review. Cement and Concrete Research, v. 103, p. 21–34, 2018.

LUZ, A. B.; ALMEIDA, L. M.; BRAGA, P. F. A. Tratamento de minérios: Britagem e moagem. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018b.

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

MAFESSOLI, M. Comportamento mecânico de um rejeito de minério de ferro estabilizado com cimento Portland. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre. 2022

MARTINATTO, C. S. Comportamento de um solo arenoso estabilizado com álcali ativação visando a pavimentação. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

MATALKAH, F.; XU, L.; WU, W.; SOROUSHIAN, P. (2017). Mechanochemical synthesis of one-part alkali aluminosilicate hydraulic cement. Materials and Structures. Material and Structures, v. 50, n. 1, p.97-, 2017.

MCLELLAN, B. C.; WILLIAMS, R. P.; LAY, J.; RIESSEN, A. V.; CORDER, G. D. Costs and carbon emissions for geopolymer pastes in comparison to ordinary Portland cement. Journal of Cleaner Production, v. 19, n. 9-10, p. 1080-1090, 2011.

MCLEOD, H. AND A. BJELKEVIK. 2017. "Tailings Dam Design: Technology Update (ICOLD Bulletin)," in Proceedings of the 85th Annual Meeting of International Commission on Large Dams, July 3-7, 2017. Prague, Czech Republic: Czech National Committee on Large Dams.

MONZÓ, M.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; VICENT, M.; PALOMO, A.; BARBA, A. Activación alcalina de metacaolín: Efecto de la adición de silicato soluble y de la temperatura de curado. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Madrid. Enero, 2008 MOORE, R. K.; KENNEDY, T. W.; HUDSON, W. R. Factors affecting the tensile strength of cement-treated materials. In: Proceedings at the 49th Annual Meeting of the Transportation Research Board. Washington, District of Columbia: [s.n.], 1970. p. 64–80.

MORAES, J. C. B., FONT, A., SORIANO, L., AKASAKI, J. L., TASHIMA, M. M., MONZÓ, J., ... PAYÁ, J. (2018). New use of sugar cane straw ash in alkali-activated materials: A silica source for the preparation of the alkaline activator. Construction and Building Materials, 171, 611–621. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.03.230

MORGENSTERN, N. R.; VICK, S.G.; VIOTTI, C.B.; WATTS, B.D. Fundão tailings dam review panel. Report on the immediate causes of the failure of the Fundão Dam. 2016.

MOTTA, H. P. G. Comportamento de um rejeito de transição em centrífuga geotécnica. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2018.

MUNIZ, D. H. D. F.; OLIVEIRA-FILHO, E. C. Metais pesados provenientes de rejeitos de mineração e seus efeitos sobre a saúde e o meio ambiente. Universitas: Ciências da Saúde, v. 4, n. 1, p. 83-100, 2006.

NASCIMENTO, D. W. Estudo sobre a influência da adição de resíduo de minério de ferro da barragem de Fundão, Mariana - MG, como pigmento e nas propriedades do concreto de cimento Portland. 154 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2019.

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

NEWMAN, L.; ARNOLD, K.; WITTWER, D. (2010) Dry Stack Tailings Design for the Rosemont Copper Project. In Tailings and Mine Waste 2010; CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2010; pp. 315–326. ISBN 978-0-415-61455-9.

NIERWINSKI, H. P. Caracterização e comportamento geomecânico de rejeitos de mineração. 2019. Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, [s. l.].

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

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

NORTH, M.R., SWADDLE, T.W. Kinetics of silicate exchange in alakaline aluminosilicate solutions, Inorg. Chem. 39 (12) (2000) 2661–2665.

O'CONNOR, S. J. O.; MACKENZIE, K. J. D. Synthesis, Characterisation and Thermal Behaviour of Lithium Aluminosilicate Inorganic Polymers. Journal of the American Ceramic Society, v. 45, n. 14, p. 3707-3713, 2010.

OLIVEIRA, T. M. Caracterização de misturas de rejeitos de minério de ferro melhoradas com adição de cimento com vistas à aplicação em estradas e aterros. 87 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.

PACHECO-TORGAL, F.; LABRINCHA, J.A.; LEONELLI, C.; PALOMO, A.; CHINDAPRASIRT, P. Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes. [s.l: s.n.]. v. 3. 2014.

PALOMO, A.; ALONSO, S.; FERNANDEZ-JIMEEEZ, A. Alkaline Activation of Fly Ashes: NMR Study of the Reaction Products. J. Am. Ceram. Soc., 87 [6] 1141–1145 (2004), https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2004.01141.x

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkali-activated fly ashes. Cement and Concrete Research, [s. l.], v. 29, n. 8, p. 1323–1329, 1999. Disponível em:

PALOMO, A.; KRIVENKO, P.; GARCIA-LODEIRO, I.; KAVALEROVA, E.; MALTSEVA, O.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. A review on alkaline activation: new analytical perspectives. Materiales de Construcción, [S.L.], v. 64, n. 315, p. 1-2, 20 ago. 2014. Editorial CSIC. <u>http://dx.doi.org/10.3989/mc.2014.00314</u>.

PARVEEN; SINGHAL, D.; JUNAID, M.T.; JINDAL, B.B.; MEHTA, A. Mechanical and microstructural properties of fly ash based geopolymer concrete incorporating alcofine at ambient curing. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 180, n. 2018, p. 298 307, 2018. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.05.286

PENG, M. X.; WANG, Z.H.; SHEN, S.H.; XIAO, Q.G. Synthesis, characterization and mechanisms of one-part geopolymeric cement by calcining low-quality kaolin with alkali. Materials and Structures/Materiaux et Constructions, v. 48, n. 3, p. 699–708, 2015.

PEREIRA, E. L. Estudo do potencial de liquefação de rejeitos de minério de ferro sob carregamento estático. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil, 2005.

PINTO, A T. Sistemas Ligantes Obtidos por Activação Alcalina do Metacaulino. 2004. Tese de Doutorado – Universidade do Minho.

PINTO, C. S. Curso básico de mecânica dos solos. 3ª ed. São Paulo: Oficina de Textos, 2006. 367 p.

G.B., S., SARAVANAN. PONRAJ, KAMAL. J., AND THIRUGNANASAMBANDAM, S. (2021). Mechanical and Microstructural Properties of Alccofine Based Geopolymer Concrete. International Transaction Journal of Engineering, & Management, & Applied Sciences Technologies, 12(10), 12A10J, 1-13. http://TUENGR.COM/V12/12A10J.pdf DOI: 10.14456/ITJEMAST.2021.199

PRESOTTI, E. S. Influência do teor de ferro nos parâmetros de resistência de um rejeito de minério de ferro. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil, 2002.

PRIETTO, P.D.M. Resistência e dilatância de solos cimentados: uma abordagem teórico-experimental. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.2004.

PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. Cement and Concrete Research, v. 114, p. 40–48, 2018.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. Alkali-Activated Materials. State of the Art Report, RILEM TC 224-AAM J. L. Provis & J. S. J. van Deventer, eds., 2014.

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

PUERTAS F. Cementos de escorias activadas alcalinamente: situación actual y perspectivas de futuro. Materials and Construction, 45, No. 239, 53–64, 1995.

RAHIER H., SIMONS, W.; MELE, B. V.; BIESEMANS, M. Recent literature in geopolymer science and technology. J. Mater. Sci., vol. 32, n. 9, p. 2237-2247, 1997.

REID, D.; FANNI, R. (2020). A comparison of intact and reconstituted samples of a silt tailings. Géotechnique, 72(2): 176–188.

REID, D.; FANNI, R.; DIDONNA, P. (2022). The effect of tamping conditions on undrained shear strengths of a non-plastic sandy silt tailings. Canadian Geotechnical Journal, 59(6): 783–795.

REIS, J.M. Avaliação da flotação de minério de ferro de brucutu considerando a divisão em

dois circuitos: grossos e finos. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Federal de Minas Gerais, Minas gerais. 2015. Disponível em: http://hdl.handle.net/1843/BUBD-A9DFHN

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

ROBERTSON, P. K.; MELO, L.; WILLIAMS, D.J.; WILSON, G.W. Report of the expert panel on the technical causes of the failure of Feijão Dam I. Expert Panel Technical Report. 2019. <u>http://www.b1technicalinvestigation.com/</u>

ROBERTSON, P.K.; DA FONSECA, A.V.; ULRICH, B.; COFFIN, J. (2017) Characterization of Unsaturated Mine Waste: A Case History. Can. Geotech. J. 2017, 54, 1752– 1761.

ROTTA, G. V., CONSOLI, N. C., PRIETTO, P. D. M., COOP, M. R. & GRAHAM, J. (2003). Isotropic yielding in an artificially cemented soil cured under stress. Géotechnique 53, No. 5, 493–50.

ROWLES, M., O'CONNOR, B., Chemical optimisation of the compressive strength of aluminosilicate geopolymers synthesised by sodium silicate activation of metakaolinite, J. Mater. Chem. 13 (2003) 1161–1165.

RUBINOS, D., SPAGNOLI, G., & BARRAL, M. T. (2015). Assessment of bauxite refining residue (red mud) as a liner for waste disposal facilities. International Journal of Mining, Reclamation and Environment, 29(6): 433–452.

SALDANHA, R.B., CAICEDO, A. L., TONINI, M.A., SCHEUERMANN FILHO, H.C, MONCALEANO, C. J., SILVA, J.P.S. CONSOLI, N.C. Potential Use of Iron Ore Tailings for Binder Production: A Life Cycle Assessment. Available at SSRN: https://ssrn.com/abstract=4221827 or http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4221827

SAMPAIO, J. A.; DA LUZ, A.B.; FRANÇA, S.C.A. Tratamento de minérios: Separação magnética e eletroestática. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2018.

SANTA, R.; SOARES, C.; RIELLA, H. Geopolymers with a high percentage of bottom ash for solidification/immobilization of different toxic metals. Journal of Hazardous Materials, v318, p.145–153, 2016.

SANTOS, C. P. Estabilização de um rejeito de mineração de ouro por meio da álcaliativação de cal de carbureto e cinza do bagaço de cana-de-açúcar. 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

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

SCHNAID, F., LEHANE, B. M., & FAHEY, M. (2004). In situ test characterisation of unusual geomaterials. Proceedings ISC-2 on Geotechnical and Geophysical Site Characterization, Millpress, Rotterdam, Netherlands, 49–74.

SCHNAID, F.; PRIETTO, P.D.M.; CONSOLI, N.C. Characterization of cemented sand in triaxial compression. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering. Reston, vol.127, n.10, p. 857-868, 2001.

SERVI, S. P.; LOTERO, A.; SILVA, J.P.S.; BASTOS, C.; CONSOLI, N.C. Mechanical response of filtered and compacted iron ore tailings with different cementing agents : Focus on tailings-binder mixtures disposal by stacking, Construction and Building Materials, Volume 349, 2022, 128770, ISSN 0950-0618, https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.128770.

SERVI, S.P. Comportamento mecânico de resíduo de minério de ferro estabilizado com agentes aglomerantes. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

SEVERO, C. G. S.; COSTA1, D. L.; BEZERRA1, I. M. T.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A. Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente. Rev. Materiais e Processos, v.8.2, 55 –67, 2013.

SHEKHAWAT, P.; SHARMA, G.; SINGH, R. M. Strength behavior of alkaline activated eggshell powder and flyash geopolymer cured at ambient temperature. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 223, p. 1112 1122, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.325>

SHETTIMA, A. U.; HUSSIN, M. W.; AHMAD, Y.; MIRZA, J. Evaluation of iron ore tailings as replacement for fine aggregate in concrete. Construction and Building Materials, v. 120, p. 72–79, set. 2016.

SHI, C.; KRIVENKO, P. V; ROY, Della. Alkali-activated cements and concretes. New York: Taylor & Francis, 2006. v. 1, p. 1–388.

SHOOSHPASHA, I. AND SHIRVANI, R. A. Effect of cement stabilization on geotechnical properties of sandy soils. Geomechanics and Engineering, Vol. 8, No. 1 (2015) 17-31 DOI: http://dx.doi.org/10.12989/gae.2015.8.1.017

SILVA, D. B., VALADARES, M. C. Tratamento de minérios. Anais: Geologia, beneficiamento, caracterização e análise microestrutura de minérios de ferro. Vitória: ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. 1988

SILVA, P., SAGOE-CRENSTIL, K., SIRIVIVATNANON, V. Kinetics of geopolymerization: Role of Al2O3 and SiO2. Cement and Concrete Research v. 37, p. 512–518, 2007.

SILVA, S.P., Geologia do Caulim, 2a ed., Belém: DNPM 5° DS/DNPM,p.18, 1993.

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

SORE, S.; MESSAN, A.; PRUD'HOMME, E.; ESCADEILLAS, G.; TSOBNANG, F. Synthesis and characterization of geopolymer binders based on local materials from Burkina Faso – Metakaolin and rice husk ash. Construction and Building Materials, v.124, p.301–311, 2016.

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

SOUZA, F. R. Caracterização de misturas de rejeitos de minério de ferro melhoradas com adição de cimento com vistas à aplicação em estradas e aterros. 161 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) — Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2020.

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

SRIVASTAVA, M., PAN, S., PRASAD, N., & MISHRA, B. (2001). Characterization and processing of iron ore fines of Kiriburu deposit of India. International Journal of Mineral Processing, 61(2): 93–107.

STEVESON, M.; SAGOE-CRENTSIL, K. Relationships between composition, structure and strength of inorganic polymers Part I Metakaolin-derived inorganic polymers. Journal of Materials Science, v.40, p.2023-2036, 2005.

SWADDLE, T.W. Silicate complexes of aluminium (III) in aqueous systems, Coord. Chem. Rev. 219–221 (2001) 665–686.

SWAMY, R.N. Cement Replacement Materials, Editor R. N. Swamy, Glasgow-Surrey University Press, Concrete Technology and Design, v. 3, 1986.

TCHAKOUTÉ HK, RÜSCHER CH, KONG S, KAMSEU E, LEONELLI C. Geopolymer binders from metakaolin using sodium waterglass from waste glass and rice husk ash as alternative activators: A comparative study. Constr Build Mater 2016; 114:276–89. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.184.

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

TRONCOSO, J.H. Geotechnics of Tailings dams and sediments. International Congress of Environmental Geotechnics. ICEG pp.1405-1423, 1997.

TURNER, L. K., & COLLINS, F. G. (2013). Carbon dioxide equivalent (CO2-e) emissions: A comparison between geopolymer and OPC cement concrete. Construction and Building Materials, 43, 125–130. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.01.023

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

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

USMAN, U. A.; YUSOFF, I.; RAOOV, M.; HODGKINSON, J.; "The economic potential of the African iron-ore tailings: synthesis of magnetite for the removal of trace metals in groundwater—a review," Journal of the Brazilian Chemical Society, volume 78, p. 615. 2019.

VAN DEVENTER, J. S. J.; PROVIS, J. L.; DUXSON, P. Technical and commercial progress in the adoption of geopolymer cement. Minerals engineering, 29, 89-104, 2012.

VAN DEVENTER, J. S. J.; PROVIS, J. L.; DUXSON, P.; BRICE, D. G. Chemical Research and Climate Change as Drivers in the Commercial Adoption of Alkali Activated Materials, Waste Biomass Valor, 1:145–155, 2010.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J.S.J. The effect of composition and temperature on the properties of fly ash and kaolinite based geopolymers, Chem. Eng. J. 89 (2002) 63–73.

VASSALO, E. A. S. Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG): Belo Horizonte, 2013.

VICK, S .G. Planning, design and analysis of tailings dams. John Wiley & Sons, Inc., 369 p, 1983.

VILLAR, L. H. A. E. Estudo do adensamento e ressecamento de resíduos de mineração e processamento de bauxita. Tese de doutorado. Pontifica Universidade Católica do Rio de Janeiro: Rio de Janeiro, 2002. 461 p.

VOGT, J. C. Geopolímero a partir de rejeitos da exploração de minério de ferro. (Tese de Doutorado) Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais do CDTN - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear. Belo Horizonte, 2022.

WAGNER, A.C.; SILVA, J.P.S.; CARVALHO, J.V.A.; RISSOLI, A.L.R.; CACCIARI, P.P.; CHAVES, H.M.; SCHEUERMANN FILHO, H.C.; CONSOLI, N.C. (2023) Mechanical behavior of iron ore tailings under standard compression and extension triaxial stress paths. Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering. 2023.

WANG, J.; WANG, J.; HUANG, Y.; ZHANG, K.; LI, Y.; WU, X. Preparation of alkaliactivated slag-fly ash-metakaolin hydroceramics for immobilizing simulated sodium-bearing waste. Journal American Ceramic Society, v. 98, n. 5, p. 1393–1399, 2015.

WATSON, A., CORSER, P., GARCES PARDO, E., LOPEZ CHRISTIAN, T., & VANDEKEYBUS, J. (2010). A comparison of alternative tailings disposal methods — the promises and realities. Proceedings of the First International Seminar on the Reduction of Risk in the Management of Tailings and Mine Waste, Australian Centre for Geomechanics, Perth, 499–514.

WEIL, M.; DOMBROWSKI, K.; BUCHWALD, A. Life-cycle analysis of geopolymers. In: Geopolymers: Elsevier. p. 194-210, 2009.

WENG, L.; SAGOE-CRENTSIL, K.; BROWN, T. Speciation and hydrolysis kinetics of aluminates in inorganic polymer systems, presented to Geopolymer. International Conference, Melbourne, Australia, p. 28-29, 2002

WILLIAMS, M.P.A.; SEDDON, K.D.; FITTON, T.G. (2008) Surface disposal of paste and thickened tailings—A brief history and current confronting issues. In Proceedings of the 11th International Seminar on Paste and Thickened Tailings (Paste 2008), Kasane, Botswana, 5–9 May 2008;

WILLS, B. A.; NAPIER-MUNN, T. J. Wills' mineral processing technology: An introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery. Butterworth-Heinemann, 2006. 444 p

WINTERKORN, H. F.; PAMUKCU, S. Soil stabilization and grouting. In: Fang HY (ed) Chapter 9 in foundation engineering handbook. 2^a ed., Springer, Berlin, XVIII. ISBN 978-0-412-98891-2. 1991.

WISDOM, T. Recent Developments in Tailings Dewatering Technology. In Mine Tailings: Perspectives for a Changing World; Society for Mining Metallurgy & Exploration: Englewood, CO, USA, 2020; p. 147.

WOLFF, A. P. Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da VALE, Ouro Preto, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Ouro Preto, 2009.

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

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

YANG, K. -H.; SONG, J.-K. Workability loss and compressive strength development of cementless mortars activated by combination of sodium silicate and sodium hydroxide. Journal of Materials in Civil Engineering, v. 21, n. 3, p. 119-127, 2009. YANG, K. -H.; SONG, J.-K.; ASHOUR, A. F.; LEE, E.-T. Properties of cementless mortars activated by sodium silicate. Construction and Building Materials, v. 22, n. 9, p. 1981-1989, 2008.

YE, N.; YANG, J.; LIANG, S.; HU, Y.; HU, J.; XIAO, B.; HUANG, Q. Synthesis and strength optimization of one-part geopolymer based on red mud. Construction and Building Materials, v. 111, p. 317-325, 2016.

YILMAZ, E., & FALL, M. (2017). Paste Tailings Management. Paste Tailings Management, (E. Yilmaz and M. Fall, eds.), Springer International Publishing, Cham.

YOSHIMINE, M., ISHIHARA, K., & VARGAS, W. (1998). Effects of principal stress direction and intermediate principal stress on undrained shear behavior of sand. Soils and Foundations, 38(3), 179–188. doi:10.3208/sandf.38.3_179

ZARDARI, M. A. Mechanical properties of fine grained, sulphur rich, silty soils. Luleå University of Technology. Luleå, Suécia, p. 100. 2010.

ZHANG, M. et al. Experimental feasibility study of geopolymer as the next-generation soil stabilizer. Construction and Building Materials, [s. l.], v. 47, p. 1468 1478, 2013. Disponível em: <u>http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.06.017</u>

ZHANG, W., GU, X., QIU, J., LIU, J., ZHAO, Y., & LI, X. (2020). Effects of iron ore tailings on the compressive strength and permeability of ultra-high performance concrete. Construction and Building Materials, Elsevier Ltd, 260: 119917.

ZHAO, J., NI, K., SU, Y., & SHI, Y. (2021). An evaluation of iron ore tailings characteristics and iron ore tailings concrete properties. Construction and Building Materials, 286, 122968. doi:10.1016/j.conbuildmat.2021.122968

ZHENG, J., GAO, Z., HE, H., YANG, S., & SUN, C. (2016). Efficient degradation of Acid Orange in aqueous solution by iron ore tailing Fenton-like process. Chemosphere, Elsevier Ltd, 150: 40–48.

ZHU, Z.; LI, B.; ZHOU, M. The influences of iron ore tailings as fine aggregate on the strength of ultra-high-performance concrete. Advances in Materials Science and Engineering, v. 2015, n. 4, p. 1–6, out. 2015.