

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL

Área de concentração: Infraestrutura e Meio Ambiente

Dissertação de Mestrado

POTENCIAL DA UTILIZAÇÃO DE REJEITO DE MINÉRIO DE
FERRO COMO PRECURSOR NO DESENVOLVIMENTO DE UM
LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO

Fabiane Paschoal da Veiga

Passo Fundo

2023



Fabiane Paschoal da Veiga

POTENCIAL DA UTILIZAÇÃO DE REJEITO DE MINÉRIO DE
FERRO COMO PRECURSOR NO DESENVOLVIMENTO DE UM
LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO

Dissertação submetida à Universidade de Passo
Fundo - UPF, como requisito para a obtenção do título
de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Civil e Ambiental.

Prof. Dr. Pedro Domingos Marques Prietto
(PPGEng-UPF)
Orientador

Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf
(PPGCTA – UFFS)
Coorientador

BANCA EXAMINADORA

Profa. Dra. Adriana Augustin Silveira
Universidade de Passo Fundo (UPF)

Prof. Dr. Francisco Dalla Rosa
Universidade de Passo Fundo (UPF)

Profa. Dra. Suéllen Tonatto Ferrazzo
Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)

Passo Fundo
2023

CIP – Catalogação na Publicação

- V426p Veiga, Fabiane Paschoal da
Potencial da utilização de rejeito de minério de ferro como precursor no desenvolvimento de um ligante álcali-ativado [recurso eletrônico] / Fabiane Paschoal da Veiga. – 2023.
2 MB ; PDF.
- Orientador: Prof. Dr. Pedro Domingos Marques Prietto.
Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf.
Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade de Passo Fundo, 2023.
1. Minério de ferro. 2. Lixiviação. 3. Cal de carbureto. 4. Álcali ativação. 5. Cimento alcalino. I. Prietto, Pedro Domingos Marques, orientador. II. Korf, Eduardo Pavan, coorientador. III. Título.

CDU: 622

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela vida, pela força, pela coragem enfrentada e determinação para superar as dificuldades.

Agradeço a meus pais Adelar e Luci e meu irmão Aldomar, que nunca mediram esforços para me apoiar, pela paciência, compreensão e incentivo. Amo vocês.

Ao meu orientador professor Pedro e coorientador professor Eduardo. Pelo apoio, incentivo, contribuições e disposição sempre que necessário. Obrigada por dedicarem horas de seu tempo para orientação desta pesquisa.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e ambiental na Universidade de Passo Fundo que transmitiram seus conhecimentos durante as aulas, contribuindo para minha formação.

A Universidade de Passo Fundo, principalmente aos funcionários do CETEC, em especial ao laboratorista Marcelo pela atenção e sempre prestativo no auxílio na realização de ensaios.

A Universidade de Federal da Fronteira Sul (UFFS), aos funcionários do laboratório, por permitirem a realização dos ensaios da pesquisa, pela disposição em ajudar quando necessário. Agradeço também a Maria e Carol. Um agradecimento em especial ao amigo e colega William Levandoski, pela contribuição, paciência, pelas risadas e pela companhia nas horas de laboratório. Obrigada pela amizade!

Pensar é o trabalho mais difícil que existe. Talvez por
isso tão poucos se dediquem a ele.

Henry Ford

RESUMO

A produção de minério de ferro cresce a cada ano juntamente com o percentual econômico positivo que esse setor carrega para a economia no país. Em contrapartida, os desafios geotécnicos também crescem para a mineração. Responsável por grandes desastres ambientais que ocorreram nos últimos anos, esse setor necessita de alternativas que busquem solucionar a grande demanda de rejeitos oriundos do processo de beneficiamento do minério e que são dispostos em barragens. Com isso, o presente trabalho propôs o desenvolvimento de um aglomerante álcali ativado a partir de rejeito de minério de ferro. A metodologia proposta caracteriza-se na utilização do rejeito de minério de ferro como precursor, como fonte de cálcio a utilização de resíduo industrial cal de carbureto (CC) e como ativador silicato de sódio (SS). A Cura foi realizada por um período de 7 dias a temperatura de 23° C para aproximação a temperatura ambiente. As amostras testadas foram avaliadas através de Resistência a compressão simples e caracterizadas por Difractometria de Raio X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), e lixiviação de metais. Foram estudados três percentuais de cal 5%, 7% e 10% e cinco concentrações de ativador 10%, 15%, 20%, 25% e 30%. Como resultados obteve -se a melhor resistência a compressão simples em 277,44 kPa ou 0,27 MPa, com a concentração de 10% de CC e 20% de SS, onde foi possível observar indícios de formação de géis CASH e NASH. Além disso, as amostras não apresentaram toxicidade e lixiviação de metais em níveis superiores aos parâmetros normativos analisados.

Palavras- chave: Minério de ferro; Álcali ativação; Cal de carbureto; Ativador alcalino; Cimento Alcalino; Lixiviação de metais.

ABSTRACT

The production of iron ore grows every year along with the positive economic percentage that this sector carries for the economy in the country; In contrast, geotechnical challenges are also growing for mining. Responsible for major environmental disasters that have occurred in recent years, this sector needs alternatives that seek to solve the great demand for tailings from the beneficiation process and that are disposed in dams. Thus, the present work proposed the development of an activated alkali binder from iron ore tailings. The proposed methodology is characterized in the use of iron ore tailings as a precursor, as a source of calcium the use of industrial waste carbide lime (CC) and as an activator sodium silicate (SS). The cure was performed for a period of 7 days at a temperature of 23° C to approach the ambient temperature. The samples tested were evaluated by simple compressive strength and characterized by X-ray Diffractometry (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), and metal leaching. Three percentages of lime 5%, 7% and 10% and five concentrations of activators 10%, 15%, 20%, 25% and 30% were studied. The results were the best simple compressive strength at 277.44 kPa or 0.27 MPa, with a concentration of 10% of CC and 20% of SS, where it was possible to observe signs of formation of CASH and NASH gels. In addition, the samples did not show toxicity and leaching of metals at levels higher than the normative parameters analyzed.

Keywords: Iron ore; Alkali activation; Carbide lime; Alkaline activator; Alkaline cement; Leaching of metals.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
1.1. PROBLEMA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA	16
1.2. QUESTÕES DA PESQUISA	18
1.3. OBJETIVOS DA PESQUISA	18
1.3.1. Objetivo Geral	18
1.3.2. Objetivos Específicos	18
1.4 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO	19
2. REFERENCIAL TEÓRICO	20
2.1 ASPECTOS GERAIS DA ATIVIDADE MINERADORA	20
2.2 PRODUÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO	20
2.3 CARACTERÍSTICAS DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO	29
2.3.1 Granulometria	30
2.3.2 Curva de compactação	30
2.3.3 Análise mineralógica	31
2.3.4 Análise química	32
2.3.5 Limites de Atterberg	33
2.3.6 Peso específico	34
2.4 ESTABILIZAÇÃO POR ATIVAÇÃO ALCALINA	34
2.4.1 Terminologia	36
2.5 SISTEMAS DE REAÇÕES DE MATRIZES ÁLCALI ATIVADAS	37
2.5.1 Sistemas ativados por álcalis de alto teor de cálcio	38
2.5.2 Sistemas ativados por álcalis de baixo teor de cálcio.	39

2.5.3 Sistemas intermediários ativados por álcali de cálcio - cimentos híbridos	41
2.6 PRECURSORES DO PROCESSO DE ÁLCALI-ATIVACÃO	42
2.7 USO DE RESÍDUOS NA ATIVAÇÃO ALCALINA	42
2.7.1 Cal de carbureto	43
2.8 ATIVADORES DO PROCESSO DE ÁLCALI-ATIVACÃO	44
2.8.1 Silicato de sódio	45
2.9 FATORES IMPORTANTES PARA OBTER O PRODUTO ÁLCALI ATIVADO	47
3. METODOLOGIA	49
3.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL	49
3.1.2 Planejamento experimental	49
3.2 MATERIAIS	51
3.2.1 Rejeito de minério de ferro	51
3.2.2 Cal de carbureto	56
3.2.3 Água	58
3.2.4 Silicato de sódio	58
3.3. MÉTODOS	59
3.3.1 Moldagem dos corpos de prova	59
3.3.2 Avaliação das propriedades químicas, mineralógicas e lixiviação de metais do aglomerante produzido	62
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
4.1 AVALIAÇÃO DO RMF COMO POTENCIAL PRECURSOR E INFLUÊNCIA DE CÁLCIO NO CONSUMO DE ATIVADOR ALCALINO	64
4.1.1 Resistência a compressão simples	64
4.1.2 Análise de variância (ANOVA)	65

4.2 COMPARAÇÃO DA MISTURA SEM ATIVADOR	68
4.3 AVALIAÇÃO MINERÁLOGICA, QUÍMICA E LIXIVIAÇÃO DE METAIS DOS AGLOMERANTES PRODUZIDOS	69
4.3.1 Avaliação mineralógica	69
4.3.2 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	71
4.3.3 Lixiviação de metais	72
5 CONCLUSÃO	75
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Resumo gráfico da pesquisa.....	16
Figura 2: Faturamento do setor mineral, 1º Trimestre de 2022.....	21
Figura 3: Reservas de minério de ferro no mundo em 2022, por país.....	22
Figura 4: Principais jazidas de minério de ferro.....	22
Figura 5: Tratamento de minério.....	24
Figura 6: Método a montante.....	25
Figura 7: Barragens inseridas na PNSB.....	26
Figura 8: Método a jusante.....	26
Figura 9: Método linha de centro.....	27
Figura 10: Método de empilhamento a seco.....	28
Figura 11: Causas de rupturas de barragens.....	28
Figura 12: Distribuição granulométrica de diferentes tipos de rejeitos de minério de ferro....	30
Figura 13: Modelo de apresentação de DRX.....	32
Figura 14 a: Mistura two-partes versus one-part-mix.....	36
Figura 15: Modelo de reação da ativação alcalina de geopolímeros.....	38
Figura 16: Esquematização da formação do gel NASH.....	41
Figura 17: Análise de DRX da cal de carbureto.....	43
Figura 18: Localização do Quadrilátero Ferrífero.....	51
Figura 19: Rejeito de minério de ferro.....	52
Figura 20: Curva de distribuição granulométrica.....	52
Figura 21: Curva de compactação do RMF.....	53
Figura 22: Limite de liquidez do RMF.....	54
Figura 23: Análise de DRX da amostra do RMF.....	56
Figura 24: Cal de carbureto.....	58

Figura 25: Silicato de sódio	59
Figura 26: Separação de materiais e pesagem	59
Figura 27: Moldagem dos corpos de prova	60
Figura 28: Corpos de prova	61
Figura 29: Prensa simples automática	61
Figura 30: Efeito das variáveis silicato de sódio (a) e % de Cal (b) sobre a resistência a compressão simples	66
Figura 31: Pareto dos efeitos padronizados	66
Figura 32: Interação para resistência	67
Figura 33: Corpos de prova amostra sem ativador	68
Figura 34: Gráfico comparativo de valores de resistência: aglomerante álcali ativado versus amostra branca em 7 dias de cura	69
Figura 35: DRX das pastas álcali ativadas e RMF	70
Figura 36: Espectros FTIR das pastas álcali ativadas e RMF in natura	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Vantagens e desvantagens de métodos de disposição de rejeito	25
Tabela 2: Minerais de ferro	29
Tabela 3: Peso específico máximo e umidade de rejeitos de minério de ferro	31
Tabela 4: Estruturas cristalinas de rejeitos de minério de ferro	32
Tabela 5: Análise de FRX para rejeito de minério de ferro.....	33
Tabela 6: Pesos específicos de RMF em diversos países	34
Tabela 7: Variáveis investigáveis	50
Tabela 8: Distribuição granulométrica do RMF.....	53
Tabela 9: Composição química do RMF.....	55
Tabela 10: Composição química da cal de carbureto	57
Tabela 11: Composição do silicato de sódio (Nova cinética Industria e comércio de produtos químicos Ltda, 2023).....	58
Tabela 12: Resistência a compressão simples	64
Tabela 13: Análise de variância.....	65
Tabela 14: Composição química dos extratos lixiviados AA1, AA7, AA13 e RMF (mg/L) ..	73
Tabela 15: Composição química do extrato solubilizado do RMF (mg/L).....	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT: Associação Brasileira de normas técnicas

ALMG: Assembleia Legislativa de Minas Gerais

Al: Alumínio

Al₂O₃: Óxido de alumínio (alumina)

Al₂Si₂O₅(OH)₄: Caulinita

ANM: Agência Nacional de Mineração

ANOVA: Análise de Variância

ASTM: *American Society for Testing and Materials*

Ca (OH)²: Hidróxido de cálcio ou Portlandita

CaCO₃: Carbonato de cálcio

C-A-S-H: Aluminato de cálcio hidratado

CC: Cal de carbureto

CETEC: Laboratórios do Centro Tecnológico de Engenharia Civil, Ambiental e Arquitetura

C-S-H: Silicato de cálcio hidratado (3CaO.2SiO₂.3H₂O)

CT-Pedras: Centro tecnológico de Pedras

DRX: Difractômetro de Raio X

FeO (OH): Goethita

Fe₂O₄: Magnetita

Fe₂O₃: Óxido de ferro III (hematita)

FRX: Espectrometria de fluorescência de raios X

FTIR: Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier

H₂O: Água

IBRAM: Instituto Brasileiro de Mineração

ICP-OES: *Inductively coupled plasma optical emission spectrometry*

LL: Limite de liquidez

LP: Limite de plasticidade

LTDA: Limitada ou Sociedade Limitada

Mpa: Mega Pascal

NBR Norma Brasileira

Na: Sódio

Na₂O Óxido de sódio

NaOH: Hidróxido de sódio

Na₂SiO₃:Silicato de sódio

PNSB: Política Nacional de Segurança das Barragens

RMF: Rejeito de minério de ferro

SS: Silicato de sódio

SiO₂:Dióxido de silício

SiO₃:Trióxido de silício

SiO₄:Tetraedro de silício

UFFS: Universidade Federal da Fronteira Sul

UPF: Universidade de Passo Fundo

US EPA: Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos

VROM: *Ministerie van Volkshuisvesting, Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer*

Wót: Umidade ótima

°C Grau Celsius

Yd: Peso específico aparente seco

1. INTRODUÇÃO

A atividade mineradora no Brasil possui um papel fundamental para a economia no país. Em 2020, o setor mineral se manteve com um saldo positivo de US\$ 32,5 bilhões, o que corresponde a 63,8% do saldo da balança comercial brasileira, em comparação a 2019 (IBRAM, 2020).

Ainda que se reconheça a relevância desta atividade para a economia nacional, ela é considerada a maior produtora de resíduos mundialmente, gerando cerca de 65 bilhões de toneladas por ano (JONES; BOGER, 2012). Além disso é que o setor mineral tem sido responsável por grandes acidentes ambientais, ocorridos principalmente em razão de rompimentos de barragens de rejeitos, com amplos impactos negativos nos âmbitos social, econômico e ambiental.

Com isso, após a tragédia ocorrida em 2015, em Mariana/MG, foi instaurada a Comissão Extraordinária das Barragens da Assembleia Legislativa de Minas Gerais (ALMG), com o objetivo de investigar a situação de barragens existentes no estado, uma medida para evitar novos desastres (CARVALHO, 2018). Ainda, a Resolução n. 4/2019, da Agência Nacional de Mineração – ANM, proibiu a utilização do método de construção de barragens por alteamento a montante no território brasileiro segundo (THOMÉ; RIBEIRO, 2019).

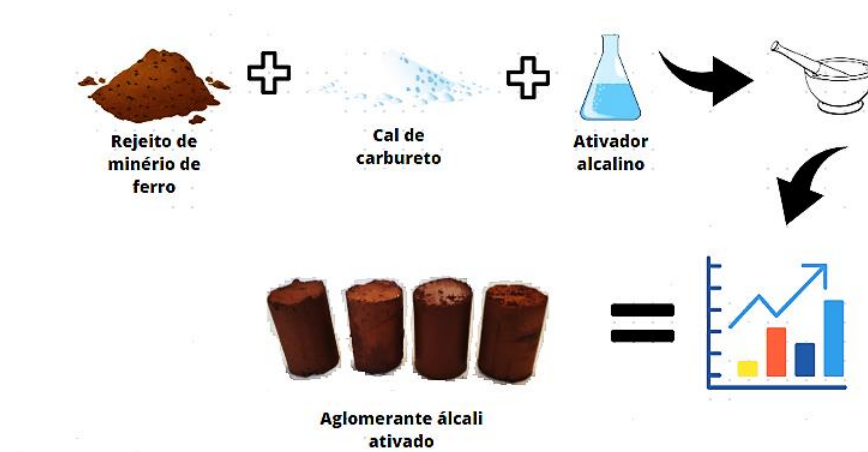
Assim, a necessidade da busca por alternativas sustentáveis vem ganhando espaço nos últimos anos, inclusive no que diz respeito a geotecnia ambiental. Vários autores estão engajados em procurar meios que substituam fontes de recursos naturais, de maior impacto ambiental, por fontes sustentáveis, como, por exemplo, a utilização de resíduos industriais e agroindustriais no melhoramento de materiais geotécnicos para as mais diversas aplicações. São exemplos disso, a utilização dos mais diversos tipos de cinzas, cales residuárias, escórias, entre outros. Essas soluções se baseiam na estabilização por ativação alcalina, a qual minimiza impactos ambientais através da utilização de resíduos como fonte de aluminossilicato (precursor) aliada a uma fonte de metal alcalino (ativador) capaz de formar estruturas com propriedades cimentantes (PALOMO et al., 1999).

Como mostra a Figura 1, a presente pesquisa visou o desenvolvimento de um aglomerante alternativo a partir do processo de álcali-ativação, envolvendo matérias primas como o rejeito de minério de ferro e a cal de carbureto, se enquadrando na linha de pesquisa

“Geotecnia Ambiental e Desenvolvimento de Novos Materiais” do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade de Passo Fundo.

Além disso, um dos desafios para esse setor é alcançar a sustentabilidade em suas atividades. Neste sentido, a utilização de rejeitos, como, por exemplo, os de minério de ferro, incorporados como material alternativo na geotecnia é uma possibilidade ambientalmente viável a ser estudada e que visa a redução de impactos ambientais causadas por grandes disposições de rejeitos (OLIVEIRA, 2013).

Figura 1: Resumo gráfico da pesquisa



Fonte: Autor (2023).

1.1.PROBLEMA E JUSTIFICATIVA DA PESQUISA

Os rejeitos da mineração de ferro (RMF), são dispostos em barragens, as quais, devido ao seu alto volume, podem vir a causar impactos ambientais e sociais quando rompidas (BEZERRA *et al.*, 2019). Este foi o caso dos recentes rompimentos da barragem do Fundão, em Mariana/MG, em 2015, e da barragem da Mina do Córrego do Feijão, em Brumadinho/MG, em 2019. Após estes acontecimentos, seguiram-se discussões acerca da real necessidade deste tipo de barragem e dos impactos socioeconômicos e ambientais que podem vir a causar nas regiões onde estão instaladas, no caso de uma eventual ruptura (STELA *et al.* 2020).

Na perspectiva ambiental, a lama resultante do rompimento pode destruir comunidades, ecossistemas, extinguir espécies de animais, contaminar a água utilizada para consumo humano e, ainda, impedir o desenvolvimento de atividades agropecuárias durante muitos anos (LACAZ *et al.* 2017).

Em uma outra perspectiva, estudos tem relatado uma ampla diversidade de alternativas visando a utilização do rejeito de minério de ferro do desenvolvimento de materiais. Azapa *et al* (2018) estudou a utilização de resíduo de minério de ferro como agregado miúdo na composição de micro revestimento asfáltico a frio e constatou bom desempenho e resultados promissores para esta utilização. Paula Junior e Oliveira (2022) estudaram a utilização de rejeito de minério de ferro na formulação de argamassas, constatando desempenho mecânico e parâmetros de durabilidade satisfatórios para um traço com 25% de rejeito de minério de ferro.

Vergara (2012) estudou a aplicabilidade de rejeitos de mineração de ferro como filtro em obras de terra, preferencialmente em barragens, substituindo a areia natural encontrada em rios e sendo é uma alternativa ambientalmente viável para esta aplicação. Além disso, os rejeitos vêm sendo utilizados como fonte de matéria-prima em diversos setores como aterros subterrâneos, construção de estradas, geopolímeros e até mesmo na fabricação de tijolos/cerâmica (KASAP, 2022).

Nos últimos anos tem se observado o uso de rejeitos de barragem na produção de pasta cimentícia ou aterro de mina especialmente para preencher espaços vazios subterrâneos compondo três funções: garantir 100% de extração de adjacentes do minério, suporte local e disposição eficiente dos resíduos (KASAP, 2022), sendo esta uma solução globalmente aceita como método de gerenciamento de rejeitos de minas (KOOHESTANI, 2020).

Além disso, o setor de mineração é protagonista na busca pelos ODS (Objetivos do Desenvolvimento Sustentável), com potencial para auxiliar o Brasil e demais países a alcançarem a Agenda 2030, através da implantação de diversas ações, uma vez que o setor mineral é responsável por 4% do PIB nacional (Produto Interno Bruto), além de gerar mais de 200 mil empregos diretos e 800 mil empregos indiretos, portanto com força para alavancar a economia (SANTOS, 2021).

Com isso o uso de materiais alternativos está cada vez mais sendo estudado e aplicado em obras geotécnicas, para melhorar, estabilizar ou reforçar essas estruturas. Neste contexto, a técnica da ativação alcalina tem despertado grande interesse na área da Geotecnia (SERVI, 2022).

Alguns autores, como Elói (2019), avaliaram a utilização de rejeito de minério de ferro como precursor usando hidróxido de sódio como ativador e cura térmica (100°C) por 5 e 28 dias, constatando ser possível a produção de um aglomerante. Em outro estudo, Falah *et al* (2020) estudaram diferentes tipos de rejeitos de cobre/níquel, cobre/zinco, platina e ferro como precursor in loco, com ativador silicato de sódio e hidróxido de sódio, constatando sob cura térmica (60°C) de 7 dias um bom comportamento mecânico. Apesar destes estudos, há poucos

dados na literatura que comprovem que o uso do rejeito de minério de ferro como precursor em sistemas álcali ativado tem potencial para o desenvolvimento de aglomerantes. Além disso, os estudos existentes empregaram rejeitos, sistemas e condições diferentes do presente estudo. Sendo assim, esta pesquisa visa contribuir, e preencher esta lacuna existente na literatura, para o estudo da viabilidade técnica e ambiental do uso de RMF como precursor, juntamente com a cal de carbureto e o silicato de sódio, como fonte de cálcio e como ativador alcalino, respectivamente, no desenvolvimento de um aglomerante alternativo.

1.2. QUESTÕES DA PESQUISA

Diante da problemática delineada nos itens anteriores, o presente projeto buscará responder às seguintes questões norteadoras da pesquisa:

- O rejeito de minério de ferro é um potencial precursor para produção de aglomerantes em sistema álcali-ativado?
- Há necessidade da inclusão de um co-precursor?
- Há influência do teor de cálcio no consumo de ativador alcalino? E qual a sua relação com as propriedades macroestruturais?

1.3. OBJETIVOS DA PESQUISA

1.3.1. Objetivo Geral

Compõe-se como objetivo geral da presente pesquisa avaliar o potencial de utilização de rejeito de minério de ferro no desenvolvimento de um aglomerante álcali-ativado.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Avaliar o RMF visando a sua utilização como precursor em sistemas álcali-ativados;
- Avaliar a influência da presença de cálcio no consumo de ativador alcalino a fim de se obter determinado nível de resistência a compressão;
- Relacionar o comportamento observado nos sistemas álcali-ativados com suas propriedades composicionais e microestruturais.
- Avaliar as características ambientais, em termos da lixiviação, do aglomerante produzido.

1.4 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO

A presente dissertação está dividida em cinco capítulos, apresentados a seguir:

- **Capítulo 1:** apresenta uma breve introdução relacionado ao tema da dissertação, juntamente com a justificativa e objetivos gerais e específicos propostos para esse trabalho;
- **Capítulo 2:** expõe a revisão bibliográfica com temas essenciais que contemplam o entendimento do trabalho desenvolvido. Além disso, expõe temas como aspectos gerais da atividade de mineração, características do rejeito de minério de ferro, estabilização por atividade alcalina, ativadores, precursores, sistemas de reações e por fim fatores importantes para se obter produtos álcali ativados;
- **Capítulo 3:** contém a metodologia experimental, as variáveis investigadas, além dos materiais e métodos usados e ensaios de caracterização feitos na pesquisa;
- **Capítulo 4:** apresenta a análise dos resultados obtidos, incluindo análises microestruturas;
- **Capítulo 5:** são apresentadas as considerações finais referentes ao potencial precursor do rejeito de minério de ferro, bem como sugestões para trabalhos futuros.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 ASPECTOS GERAIS DA ATIVIDADE MINERADORA

A mineração define-se como um conjunto de atividades destinadas a pesquisar, descobrir, mensurar, extrair, tratar ou beneficiar e transformar recursos minerais de forma a transformar em benefícios econômicos e sociais (IBRAM, 2016). Para Mesquita *et al* (2016), a mineração é a atividade de extração e beneficiamento de minerais em estado natural, englobando atividades e buscando torná-los comercializáveis. Além disso faz parte crucial na economia do país e até mesmo com viés na Agenda 2030.

No entanto por se tratar de uma atividade importante, acontecimentos nos últimos anos fizeram com que a atenção fosse voltada com para outros ângulos. No ano de 2015 a barragem denominada barragem do Fundão foi rompida liberando mais de 40 milhões de metros cúbicos de água e rejeito, resultando em 19 mortes, além do ecossistema fauna e flora gravemente afetados. Aproximadamente 3 anos depois ocorre novamente outro rompimento, desta vez da barragem de rejeitos de minério de ferro chamada Mina Córrego do Feijão, em Brumadinho, Minas Gerais. Este colapso liberou 12 milhões de metros cúbicos de lama, resultando na morte de 270 pessoas (FONSECA *et. al*, 2019) e causando severos impactos sociais, econômicos e ambientais.

Em virtude desses grandes impactos ambientais sofridos nos últimos anos com as catástrofes de barragem, veem sendo estudada diversas maneiras de reciclar ou depositar novos rejeitos de maneira diferente que não comprometa a segurança na sociedade e que componha com alternativas viáveis ambientalmente. Felizmente, eles podem ser reciclados por meio de várias abordagens, como a promissora técnica de geopolimerização, convertendo resíduos em valor (XIALONG, 2020).

2.2 PRODUÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO

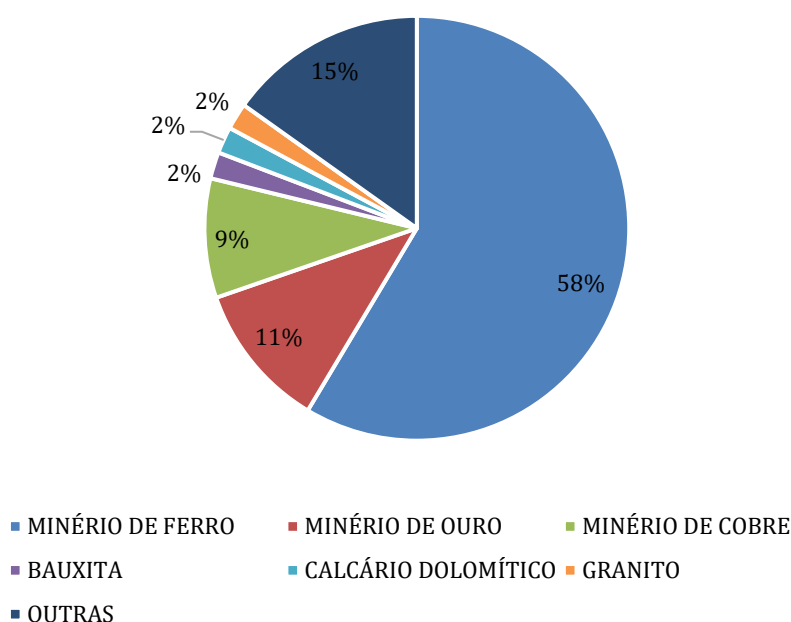
O minério de ferro além de ser importante para a economia é amplamente utilizado para suprir as demandas de aço no setor industrial (ANDRADE, 2018). Em sua maioria é utilizado na indústria siderúrgica (99%), para produção de ferro-gusa em altos fornos e do ferro esponja nos fornos de redução direta, que após esses processos são transformados em aço (QUARESMA, 2001)

Considerado o quarto elemento em maior quantidade na crosta terrestre, com capacidade de oxidar ou reduzir conforme determinado ambiente. A resposta disso é que muitos minerais

apresentam em sua composição o ferro, onde as suas concentrações podem chegar de 1% até mais de 70% de ferro (Takehara, 2004).

Em relação a participação por substâncias no faturamento do setor mineral no primeiro trimestre de 2022, o minério de ferro foi responsável por 58%, seguido pelo ouro (11%) e cobre (9%), (Figura 2) (IBRAM, 2022).

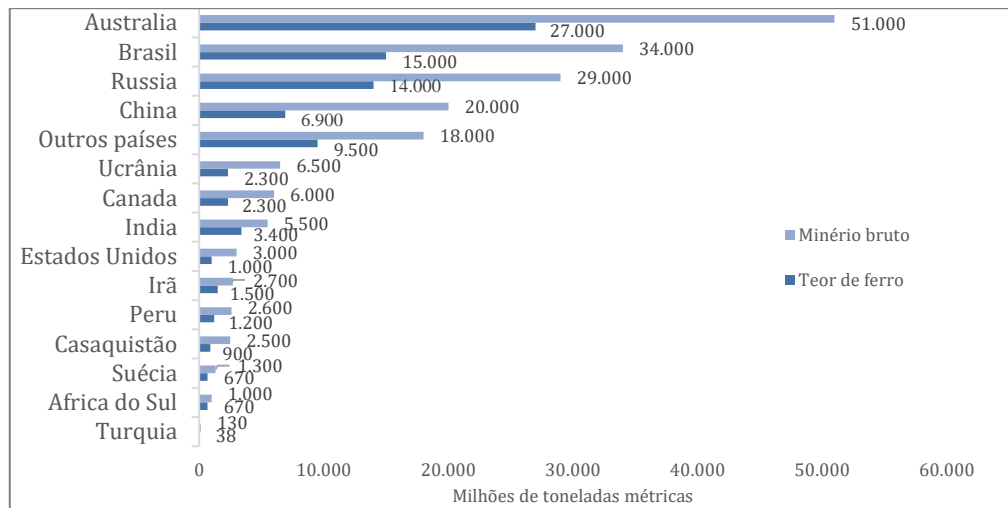
Figura 2: Faturamento do setor mineral, 1º Trimestre de 2022



Fonte: IBRAM (2022).

O Brasil é apontado como segundo país maior produtor de minério de ferro perdendo apenas para a Austrália, como aponta os dados de Statística 2022 (Figura 3). Além disso, dados do USGS (U.S. GEOLOGICAL SURVEY, 2021) considera que as reservas mundiais de minério de ferro bruto somam de 180 a 184 bilhões de toneladas métricas. As reservas de minério de ferro bruto na Austrália, o país com as maiores reservas de minério de ferro do mundo, foram estimadas em aproximadamente 51 bilhões de toneladas métricas em 2022.

Figura 3: Reservas de minério de ferro no mundo em 2022, por país

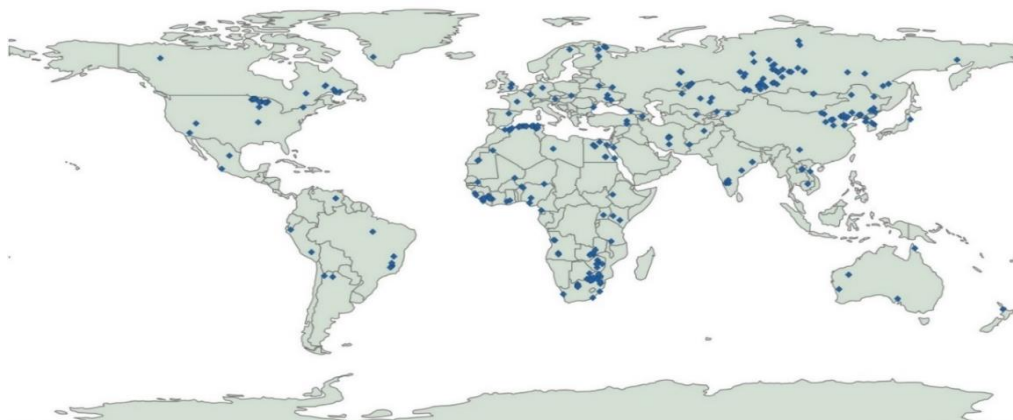


Fonte: Adaptada de STATISTICA (2022).

Mais especificamente as regiões produtoras de minério de ferro no Brasil, são: o quadrilátero ferrífero em Minas Gerais, a Província Mineral de Carajás e a região de Corumbá, que contém depósitos de itabirito (Carvalho, 2018). O estado de Minas Gerais além de ser o principal produtor de minério do país é responsável por produzir cerca de 180 milhões de toneladas por ano, o que representa aproximadamente 53% da produção nacional de minerais metálicos e 29% de minérios (IBRAM, 2020).

Sendo os estados detentores de reservas de minério de ferro: Minas Gerais (74,4%), Pará (19,5%), e Mato Grosso do Sul (2,2%) (ANM, 2018). As principais jazidas encontradas mundialmente são destacadas na Figura 4, Austrália, Canadá, Brasil, Índia, China, Europa e África do Sul.

Figura 4: Principais jazidas de minério de ferro



Fonte: Adaptada de Carmignano *et al* (2021).

Um dos aspectos ambientais relacionados a extração de ferro é o volume de resíduo considerável gerado no processo de beneficiamento, sendo alguns métodos de beneficiamento podendo exigir a moagem de materiais e adição de água e produtos químicos na planta de tratamento, produzindo nesse processo um grande volume de resíduo que é armazenado em barragens (Andrade, 2014). Esse beneficiamento é definido como tratamento dado aos minérios, com o objetivo de preparar granulometricamente, concentrar ou purificar minérios através de métodos físicos ou químicos sem que a constituição química dos minerais sofra alteração. Como resultado desse processo, uma grande quantidade de resíduos misturados com água é gerada, conhecida como rejeito (DNPM, 2014).

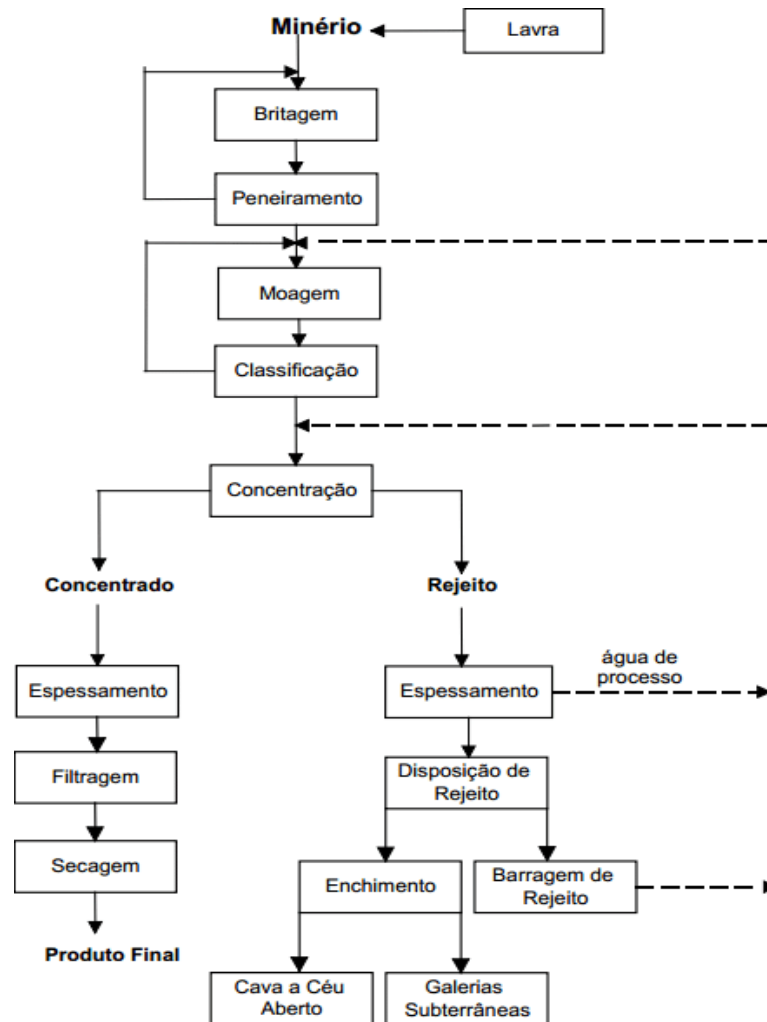
Há diferentes tipos de processos de beneficiamento de ferro, sendo que a escolha dependerá do teor de ferro, composição do mineral e grau de liberação dos minerais. O fluxograma da Figura 5 apresenta o beneficiamento de minério de ferro com recirculação de água, bem como suas etapas. Segundo Luz e Lins (2010), o minério bruto possui as seguintes etapas operacionais e são classificadas:

- Cominuição: britagem e moagem;
- Peneiramento e classificação
- Concentração: gravítica, eletro-magnética, eletrostática, por flotação;
- Desaguamento: hidrociclonação, espessamento, filtração;
- Secagem: secador rotativo, spray dryer, secador de leito fluidizado.
- Disposição de rejeito.

Após a extração do minério durante o processo de mineração, são realizados processos para separar o mineral de interesse do restante do material. Em seguida ocorre a britagem, peneiramento e moagem do minério, seguidos por uma classificação para verificar se possuem partículas apenas de um tipo mineralógico específico (Luz *et al.*, 2018). Por último ocorre a segregação das espécies minerais utilizando métodos baseados na gravidade, magnetismo, eletricidade estática ou flotação.

O propósito das fases de beneficiamento do minério é de separar as substâncias indesejadas e concentrar o minério, resultando em um material de maior pureza (Grupo Vision, 2021). Após o processo de mineração passar por essas a última é o descarte em pilhas de barragens (Azapa *et al.* 2018).

Figura 5: Tratamento de minério



Fonte: Luz e Lins (2010).

Os rejeitos de minério de ferro originam-se de diques de alteamento, e são transportados por uma via úmida até as barragens de mineração onde passam por etapas de ciclonagem separando as partículas grossas e finas. A disposição considerada grossa é utilizada para o alteamento da barragem (Carneiro, 2020).

Quanto ao método construtivo podem ser classificados preferencialmente em 3 tipos de métodos de disposição: a montante, a jusante e pelo método linha de centro. Algumas vantagens e desvantagens apresentam esses três sistemas convencionais de disposição de rejeitos, onde Soares (2010) enfatiza na Tabela 1.

Tabela 1: Vantagens e desvantagens de métodos de disposição de rejeito

Métodos convencionais	Vantagens	Desvantagens
A montante	Menor custo e maior velocidade de alteamento	Mais instável
A jusante	Mais segura	Maior custo devido ao volume de aterro do dique
Linha de centro	Variação do volume de underflow	Maior tempo de quantidade de compactação

Fonte: Soares (2010).

O primeiro método denominado a montante é executado a partir de um dique inicial construído através de camadas compactadas de argilas (Figura 6) (STELA *et al.* 2020). Como consequência dos acidentes com barragens em estruturas construídas pelo método a montante, ou ainda a descaracterização de barragens já existentes, foi motivada a proibição desse método através da Resolução ANM nº 4/2019, substituída pela Resolução ANM nº 13/2019. A nova legislação (Lei Federal nº 23.291, de 25 de fevereiro de 2019) proíbe a construção e o licenciamento ambiental de novas construções de barragens erguidas pelo método chamado de montante (MINAS GERAIS, 2019).

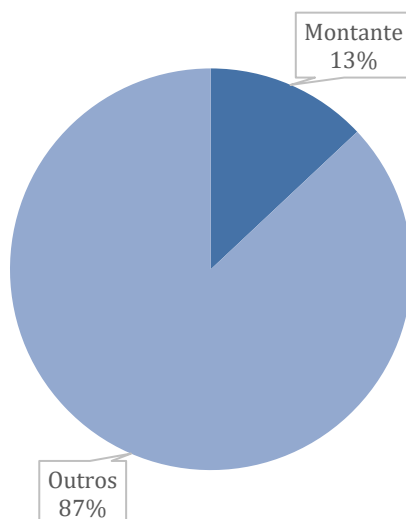
Figura 6: Método a montante



Fonte: IBRAM (2016).

Atualmente de um total de 460 barragens, 59 barragens construídas pelo método a montante e enquadradas na Política Nacional de Segurança de Barragens (PNSB) (ANM, 2023). Como mostra a Figura 7, 13% representam as barragens a montante inseridas na PNSB.

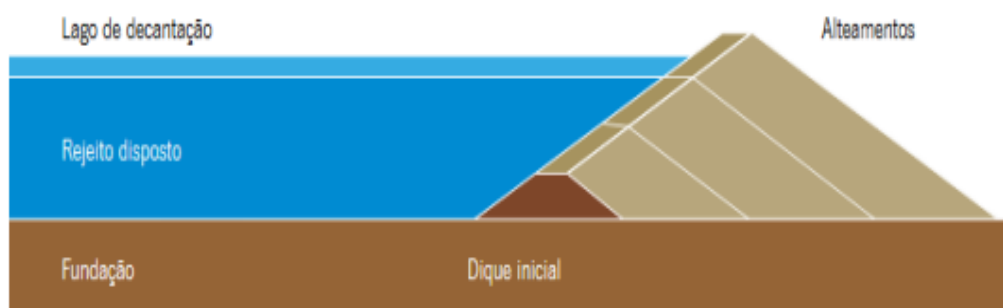
Figura 7: Barragens inseridas na PNSB



Fonte: ANM (2023).

Já o método a jusante (Figura 8), a metodologia executiva também se inicia a partir de um dique construído com material compactado, composto por areias, pedregulhos permeáveis, após a construção do dique os rejeitos são lançados a montante até a borda livre atingida, podendo ser projetadas de forma a resistir qualquer força sísmica (NIERWINSKI, 2019). Este método apresenta vantagens em relação aos outros tipos de barragem, tendo controle do lançamento e da compactação da polpa, sendo que os alteamentos não são construídos sobre o rejeito (STELA *et al.* 2020).

Figura 8: Método a jusante

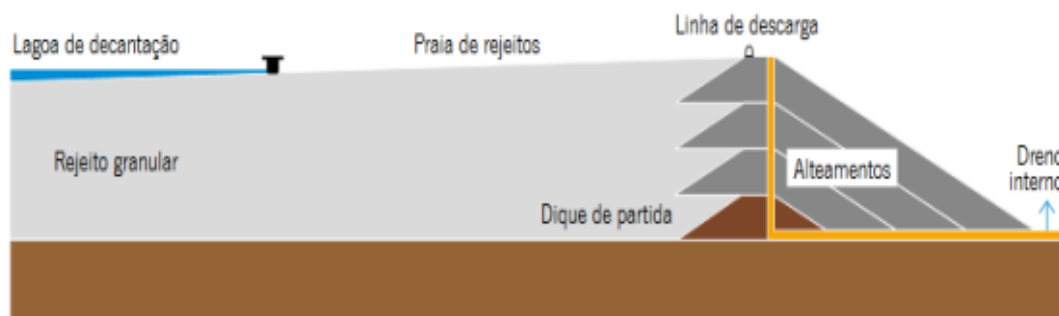


Fonte: IBRAM (2016).

Já o método linha de centro não pode ser utilizado com uma grande estrutura de armazenamento de água, pois os diques são construídos sobre rejeitos depositados não-consolidados (Figura 9) (NIERWINSKI, 2019). Considerado um método intermediário entre os

dois acima apresentados, mas estruturalmente é um método que se assemelha ao método de jusante (STELA *et al.* 2020).

Figura 9: Método linha de centro



Fonte: IBRAM (2016).

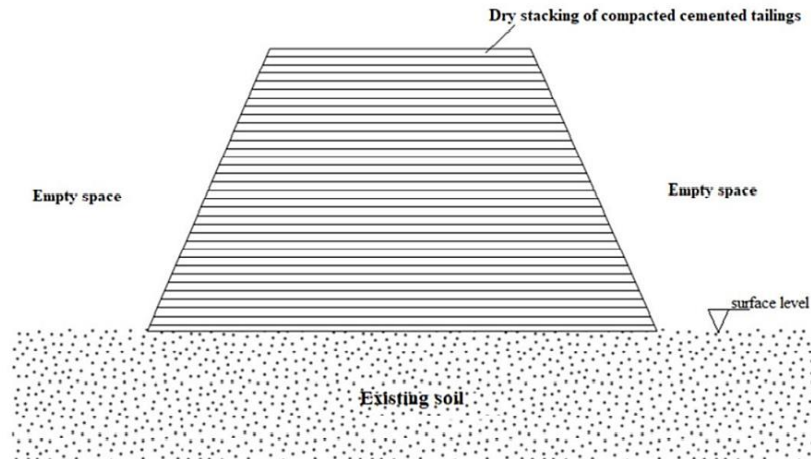
No entanto com os grandes acidentes ambientais ocorridos em Minas Gerais com os rompimentos de barragens, fez-se necessário mudanças na legislação para construção de novas barragens. Esse método consiste no afundamento da barragem alteadora direto nos rejeitos depositados, porém problemas de estabilidade são corriqueiros devido a liquefação nesse caso comprometer a segurança da barragem (CONSOLI *et al.* 2022).

Com isso a partir dessa nova legislação, as empresas devem se atentar ao prazo de três anos a partir da data da publicação (2019) para fazerem a descaracterização das barragens existentes. Essa descaracterização traz na literatura várias denominações e técnicas que podem ser utilizadas, no entanto com um único objetivo: prevenir que novos desastres ambientais ocorram.

Entretanto um novo método passa a ser estudado no Brasil como uma possível solução para redução de desastre como ocorreu nos últimos anos, essa nova metodologia consiste no empilhamento (em grandes escalas) de rejeitos secos compactados misturados com cimento Portland. Este método consiste no empilhamento de rejeitos filtrados secos compactados formando pilhas de metros, como mostrado na Figura 10 (CONSOLI *et al.* 2022).

A técnica de empilhamento a seco (Figura 10), consiste em desidratar os resíduos rapidamente, geralmente cerca de 80% de sólidos, utilizando pressão ou filtração a vácuo. Em seguida, os resíduos são levados por caminhão ou um transportador e são espalhados e compactados (BURDEN; WILSON, 2022).

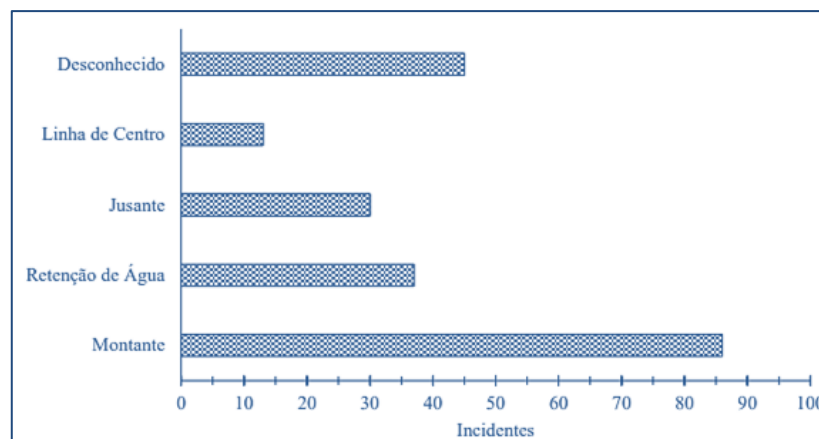
Figura 10: Método de empilhamento a seco



Fonte: Consoli, *et al* (2022).

Além disso as principais causas de rupturas de barragens são devido ao fenômeno de liquefação, ainda outro aspecto que colabora com acidentes de rompimento de barragens é o método de alteamento, representado na Figura 11 com aproximadamente 90% do perigo desse método construtivo (SERVI, 2022)

Figura 11: Causas de rupturas de barragens



Fonte: Servi (2022).

Em outras perspectivas, tendo em vista a parte econômica que o setor de mineração tem com seu saldo positivo para a economia do país há suas divergências em relação ao rejeito produzido, representado em grandes escalas. Os sérios problemas ambientais no mundo todo com relação a disposição de resíduos obtidos pela atividade mineradora em grandes proporções tornam um desafio para a engenharia ambiental e geotécnica, uma vez que suas características se limitam a restrições estruturais e ambientais, tornando a estabilização uma das alternativas de grande interesse (CARNEIRO; CASAGRANDE, 2020). Para garantirmos um futuro

sustentável par a humanidade devemos aprender a prevenir, minimizar, reutilizar e reciclar resíduos.

A reutilização ou reciclagem de rejeitos de mineração são soluções viáveis quando alguns dos resíduos de minas são classificados em não perigosos, podendo utilizar para produzir uma pasta com material aglutinante e após ser movida para o subsolo. Esta técnica é uma tecnologia de aterro de estabilização a base de cimento e cal (KIVENTERÃ *et al.* 2020). Porém a produção de cimento gera grandes emissões de CO₂ o que acaba causando impacto ambiental, fazendo necessário a busca por alternativas sustentáveis, como é o caso do álcali ativação.

2.3 CARACTERÍSTICAS DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO

Há diversos minerais que são compostos por ferro, porém poucos são considerados mineral- minério que poderão ser explorados financeiramente. Os principais minerais que contém Ferro são: a hematita, a magnetita e a goethita (WOLFF, 2009). No Brasil os dois principais tipos de minério de ferro são ricos em hematita e o itabirito (CARMIGNANO, 2021). A Tabela 2 apresenta esses minerais bem como seus teores de ferro.

Tabela 2: Minerais de ferro

Mineral	Fórmula química	Conteúdo teórico de ferro
Magnetita	Fe ₃ O ₄	72,4
Hematita	Fe ₂ O ₃	69,9
Goethita	Fe ₂ O ₃ . 3H ₂ O	62,9
Limonita	2Fe ₂ O ₃ . 3H ₂ O	59,8
Ilmenita	FeTiO ₃	36,8
Siderita	FeCO ₃	48,2
Pirita	FeS ₂	46,5
Pirrotita	Fe _(1-x) S	61,0

Fonte: Adaptado de Andrade (2018).

No entanto, as principais características geotécnicas de determinado material são obtidas através de ensaios, características como granulometria, umidade, massa específica e limites de Atterberg obtidas através da coleta de amostras de rejeito (NIERWINSKI, 2019). E por se tratar de um material geotécnico, as propriedades inerentes de um rejeito de mineração são similares a de um solo, ou seja, analisa-se também composição química, desempenho térmico e resistência ao cisalhamento (REDDY; RAO, 2016; BRUSCHI, 2019). Com isso, na sequência serão apresentados alguns principais resultados da literatura realizados com rejeito de minério de ferro.

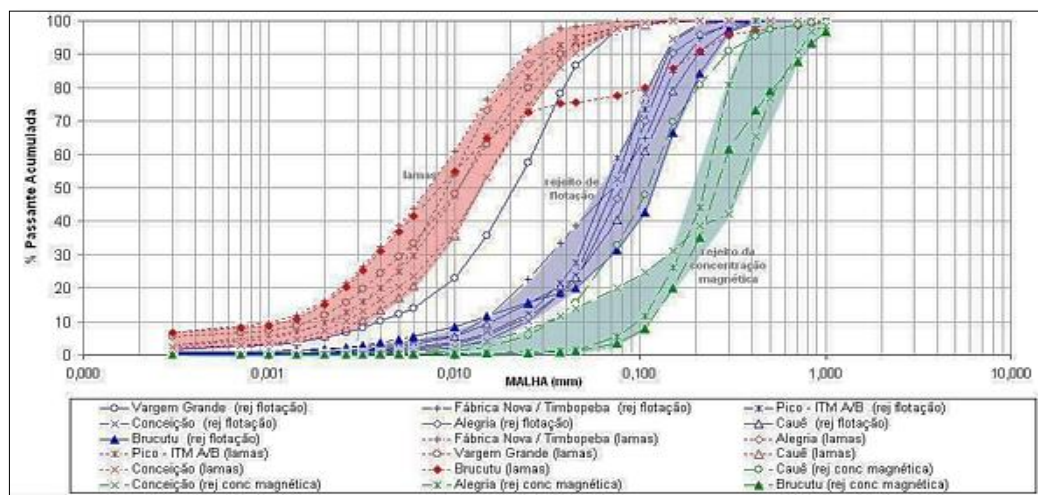
2.3.1 Granulometria

Dependendo do tipo de minério de ferro e do seu processo de beneficiamento, os rejeitos podem variar desde materiais não plásticos até materiais de granulometria fina e alta plasticidade (ALVES, 2019). Além disso o conhecimento das propriedades de rejeitos é importante para avaliação de segurança e de projetos de barragens de rejeito (HU *et al.* 2018).

Para Nierwinski (2019), Bedin (2010) e Servi (2022), a curva granulométrica de rejeitos de minério de ferro é carregada de dúvidas, pois a natureza dos minérios processados não pode ser definida uma curva características para estes materiais, é apenas estabelecida uma faixa de variação. Além disso, apresenta variabilidade, uma vez que essa variação varia de acordo com a rocha de origem e o tipo de metodologia de extração e beneficiamento (VICK, 1983).

Guimarães (2011) estudou filtragem de rejeitos de minério de ferro visando sua disposição em pilhas. Onde apresentou diferentes faixas granulométricas de diferentes tipos de rejeitos (flotação, concentração magnética e lamas) presentes em minas do Quadrilátero Ferrífero no Estado de Minas Gerais, composto basicamente por silte e argila (Figura 12).

Figura 12: Distribuição granulométrica de diferentes tipos de rejeitos de minério de ferro



Fonte: Guimarães (2011).

2.3.2 Curva de compactação

A técnica de compactação remete a 1933 com o engenheiro americano Proctor, apresentando em suas pesquisas a compactação de aterros. O Autor percebeu na época que quando é aplicada uma energia constante de compactação juntamente com água sua densidade

aparente aumentava até certo teor, denominando umidade ótima. Complementando, percebeu que ao ultrapassar a umidade ótima a densidade do solo começava a cair (ARCANJO, 2019).

Os parâmetros que fazem alusão a compactação de um material como a densidade e umidade ótima são diretamente dependentes de três fatores principais: origem, tipologia e a energia de compactação (SERVI, 2022). A Tabela 3 apresenta uma síntese de estudos de achados na literatura que buscam compreender as características de rejeito de minério de ferro localizadas no Estado de Minas Gerais.

Tabela 3: Peso específico máximo e umidade de rejeitos de minério de ferro

Autores	Proctor energia normal (kN/m ³)	Teor de umidade ótimo (%)
Faria (2023)	19,40	13,01
Fracaro (2022)	20,60	9,20
Servi (2022)	20,50	9,40
Mafessoli (2022)	19,2	11,2

Fonte: Autor (2023).

É notório que parâmetros de ensaios de compactação com energia modificada não houve variação significativa, com valores de densidade variando a 19kN/m³ a 20kN/m³. Já para valores de umidade apesar de dispersos, ficaram compreendidos entre 9% e 13%.

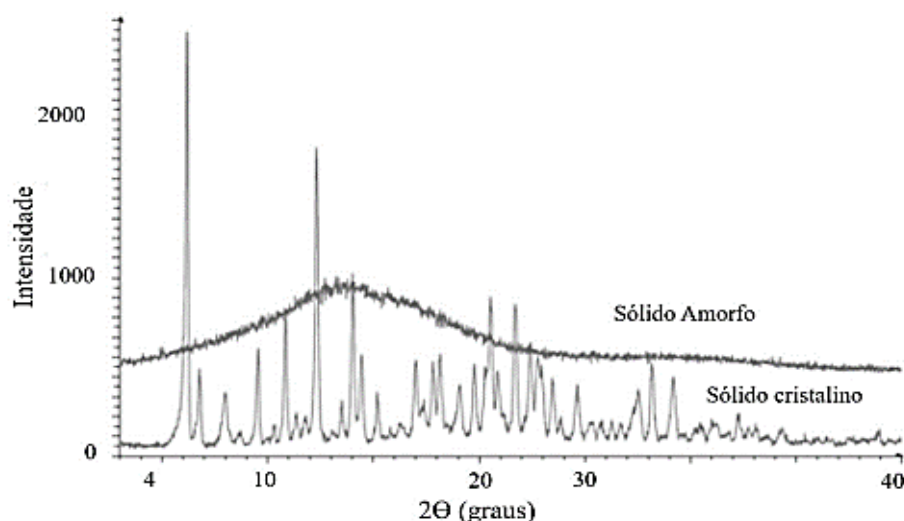
2.3.3 Análise mineralógica

A composição química e mineralógica de determinado rejeito de minério de ferro gerado no processo de beneficiamento 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 do armazenamento na barragem (CARMIGANO, 2021).

Para obtenção de uma análise mineralógica de determinado material, é comumente utilizado a técnica de Difractometria de Raio- X. Essa técnica, consiste na viabilização da identificação de estruturas cristalinas dos materiais, obtendo-se a identificação dos minerais presentes através de sobreposição dos picos característicos (FRACARO, 2022). Além disso ele pode ser usada tanto para medir a estrutura cristalina de um novo material ou na identificação de composição química.

A Figura 13 apresenta o modelo pelo qual é apresentado uma difração de raio x, onde a forma cristalina apresenta a propriedade de difratar um feixe de raios x e a representação do halo amorfo se dá pela perda da cristalinidade do material analisado (SHAH *et al.*, 2014).

Figura 13: Modelo de apresentação de DRX



Fonte: SHAH *et al.*, (2014).

Em busca de análises de DRX de rejeitos de minério de ferro estudado por diferentes autores na literatura, encontra-se a predominância de minerais como Quartzo, Goethita, Hematita e Caulinita, e outros minerais encontrados em menores proporções (Tabela 4).

Tabela 4: Estruturas cristalinas de rejeitos de minério de ferro

Autor	Minerais				
Carneiro e Casagrande (2020)	Quartzo	Goethita	Hematita	Caulinita	
Carneiro (2022)	Quartzo	Goethita	Hematita	Caulinita	
Dauce <i>et al</i> (2018)	Quartzo	Goethita	Hematita	Magnetita	
Fracaro (2022)	Quartzo	Goethita	Hematita	Caulinita	Moscovita

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

2.3.4 Análise química

Já para determinação de componentes químicos de determinado material, utiliza-se a técnica de Fluorescência de Raio -x (FRX). Essa técnica é um método amplamente utilizado na determinação de concentrações da composição geoquímica de amostras, sedimentos e materiais terrestres. Além disso, a espectrometria XRF é valiosa devido a sua capacidade de fornecer rapidamente uma avaliação de alta resolução de composições elementares (TEMITOPE, 2018). Pataca *et al.* (2005) detalham que esta é uma técnica instrumental não destrutiva, ou seja, uma

técnica que permite determinar concentração de elementos de uma determinada amostra, através da emissão de raios X.

Com isso, com o objetivo de comparar dados na literatura com composições químicas de rejeitos de minério de ferro, observa-se (Tabela 5), porcentagens não muito distantes em relação a um estudo e outro.

Tabela 5: Análise de FRX para rejeito de minério de ferro

Autor	SiO ₂ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	MnO (%)	P ₂ O ₅ (%)	K ₂ O (%)	SO ₃ (%)
Consoli <i>et al</i> (2022)	69,70	24,0	4,8	0,40	0,25	0,15	0,1
Jaskulski (2022)	69,74	24,04	4,77	0,40	0,25	0,15	0,08
Farenza (2023)	69,84	22,02	6,26	0,46	0,44	0,23	0,07
Gomes (2017)	43,64	36,53	1,56	0,22	0,033	-	-

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

2.3.5 Limites de Atterberg

Conhecer os limites de consistência de Atterberg (liquidez e plasticidade) de acordo com Gore *et al* (2016) é considerado relevante para prever expansão, retração e resistência dentro da engenharia. Pesquisas apontam a não observância de limites de Atterberg em amostra de rejeitos de minério de ferro. Carneiro (2020) estudou o comportamento mecânico de um rejeito de minério de ferro estabilizado com polímero reforçado com fibras de polipropileno. Constatando que o rejeito de minério de ferro não apresentou limite de liquidez e não apresentou limite de plasticidade.

Na mesma linha de pesquisa com a utilização de minério de ferro em sistemas álcali ativados, Fracaro (2022) constatou também em sua pesquisa que o rejeito não apresentou limite de liquidez e plasticidade.

De acordo com Pinto (2013), dependendo da natureza do minério e a forma como é realizado o beneficiamento, o rejeito pode apresentar -se como um material arenoso não plástico, rejeitos granulares ou ainda apresentar-se sob forma de granulometria fina e de alta plasticidade no caso as lamas.

2.3.6 Peso específico

Os rejeitos de mineração na maioria das vezes possuem peso específico maiores que os solos naturais, pois nos rejeitos a massa específica é mais alta devido a quantidade de óxidos como quartzo e a caulinita (CARNEIRO, 2020).

Servi (2022) encontrou valores distintos para peso específico de resíduos de minério de ferro em diversas pesquisas em países diferentes, variando de 27,7 kN/m³ até 33,7 kN/m³, como mostra a Tabela 6.

Tabela 6: Pesos específicos de RMF em diversos países

Origem	yd (kN/m ³)
Estados Unidos	29,9-30,4
Brasil	30,0-33,0
Índia	27,7
Nigéria	33,5
China	31,1-33,7

Fonte: Adaptada de Servi (2022).

2.4 ESTABILIZAÇÃO POR ATIVAÇÃO ALCALINA

Em virtude desses grandes impactos ambientais supracitados, sofridos nos últimos anos com as catástrofes de barragem, veem sendo estudada diversas maneiras de reciclar ou depositar novos rejeitos de maneira diferente que não comprometa a segurança na sociedade e que seja alternativa viável ambientalmente. Uma vez que a indústria da mineração além de gerar anualmente bilhões de toneladas de rejeitos são descartados debaixo d'água devido não possuir valor econômico e resultando em preocupações ambientais devido ao teor de metais pesados, com isso a ativação alcalina entra como tecnologia de solidificação/ estabilização positiva para dar fim a este problema (KIVENTERÄ, 2020).

A ativação alcalina remete a estudos de excelente durabilidade dos antigos cimentos e a durabilidade das antigas estruturas de concreto em comparação ao cimento Portland. Este por sua vez comprovada sua excelência, quando exposto a condições de temperaturas baixas e elevadas, ambientes satisfatórios para corrosão, radiação etc., não apresenta um bom desempenho, além de tudo contribui para poluição atmosférica, com alta emissões de CO₂ (KRIVENKO, 2017).

Ativação alcalina define-se como termo genérico aplicado a reação de um aluminossilicato sólido que se denomina como precursor, sob condições alcalinas induzido pelo ativador alcalino para produção de um ligante endurecido (PROVIS; JOHN, 2017). Necessita de dois componentes basicamente: um é o precursor rico em sílica e alumina (sendo este com em grau amorfo) e o ativador a base de um metal alcalino (na maioria das vezes sódio ou potássio) (FERNÁNDEZ-JIMENEZ *et al.* 2017). Resultando em um processo que permite transformar estruturas amorfas (parcial ou totalmente) em estruturas com propriedades cimentícias (PALOMO *et al.* 1999).

Um dos primeiros registros de materiais álcali ativados surgiram nas décadas 1950 e 1960 na União Soviética por Victor Glukhovsky. Este misturando materiais de origem vulcânica como rochas e cinzas com soluções ativadoras contendo hidróxido de sódio, obteve um sistema de álcali ativação, em conclusão obteve materiais com composição semelhante ao cimento Portland, nomeando o ligante de solo cimento (MARVILA *et al.* 2021).

Outra importante contribuição datada no ano de 1979, pelo pesquisador e químico francês Davidovits, utilizando materiais de origem natural ricos em silício e alumínio como argila caulim, ativado com solução de líquidos alcalinos desenvolveu também material álcali ativado (PACHECO-TORGAL *et al.* 2008).

Sendo assim, segundo estudos de Pacheco Torgal *et al* (2008) e Provis e John (2017), materiais álcali-ativados possuem boas propriedades mecânicas e baixo impacto ambiental. A ativação alcalina de rejeitos é uma maneira promissora para utilizar os rejeitos como matéria prima para a construção, pois através da álcali-ativação é possível transformá-los em materiais cimentícios de baixo impacto ambiental com excelente resistência mecânica, capacidade de imobilização de materiais tóxicos e redução de gases de efeito estufa (FALAH *et al.* 2020).

Os estudos do uso da álcali-ativação de rejeito de minério de ferro são promissores. Bezerra *et al* (2019) estudaram a ativação alcalina de RMF e cinzas com alto teor de cálcio para materiais de construção. Estes concluíram que há potencial em usar esses materiais para o desenvolvimento de materiais de construção ecologicamente corretos.

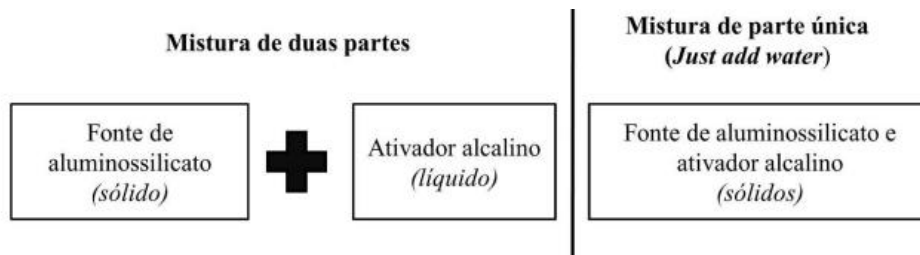
Hu *et al* (2018) estudaram espécies de Fe em um geopolímero composto de lama vermelha, constataram através de espectros de Mossbauer que o Fe³⁺ tetraédrico foi substituído por Al³⁺ na estrutura do geopolímero, indicando que o ferro é possível atuar em matrizes geopolímeras.

Em contrapartida o uso de rejeito de mina para ativação alcalina deve se estudar diferentes condições para avaliar sua reatividade. A grande parte de rejeito de minas são considerado pouco reativos devido sua estrutura altamente cristalina, o que faz diminuir a

capacidade de reciclagem de rejeitos para produção de materiais álcali ativados, no entanto o uso de co-ligante (como metacaulim ou escória de alto forno) veem sendo estudado como produtos reativos para álcali ativação (Kiventerä *et al.* 2020).

No entanto para investigar todos esses índices supracitados anteriormente, há meios necessários para se iniciar um processo de criação de um produto álcali ativado. Provis e John (2017) citam duas formas. Uma é pela mistura de duas partes (two- part) que se refere ao aglomerante feita em duas fases, uma solida (material aluminossilicato) e a outra liquida (ativador alcalino); e a outra é pela mistura de parte única (one- part mix) esquematizada na Figura 14 (a,b), onde a mistura de ativador alcalino em forma solida com fonte de aluminossilicato já prontas, basta acrescentar água para produzir a pasta álcali ativada.

Figura 14 a: Mistura two-partes versus one-part-mix



Fonte: Geraldo (2020).

Figura 14 b: Esquema one-part-mix



Fonte: Luukkonen *et al* (2018a).

2.4.1 Terminologia

Há vários tratamentos e terminologias pelos quais os autores consideram tratar um aglomerante álcali ativado. Provis e Van Deventer (2009) descrevem as seguintes terminologias que geralmente são utilizadas que são: geopolímeros, polímeros minerais, polímeros

inorgânicos, vidros poliméricos, solo cimento etc. Diversas nomenclaturas que para Arcanjo (2018) dificultam a pesquisa para muitos dos pesquisadores.

Provis e John (2017) consideram que um geopolímero é um termo usado para representar um aglomerante álcali ativado com baixo teor de cálcio. Van deventer (2010) considera o termo materiais álcali ativados apresentando uma gama de classificação, mas abrange qualquer interação entre reagentes alcalinos e materiais ricos em sílica. Desta forma, para evitar confusão de termos da presente pesquisa usará como nomenclatura o termo aglomerante álcali ativado.

2.5 SISTEMAS DE REAÇÕES DE MATRIZES ÁLCALI ATIVADAS

O desenvolvimento de um aglomerante álcali ativado é desenvolvido através de uma mistura de fonte de aluminossilicatos amorfos em meio alcalino com óxidos reagentes, onde ocorre a dissolução de silicatos e aluminatos do precursor (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009). Além disso essas reações podem ocorrer dentro de dois sistemas diferentes, um chamado com alto teor de cálcio e o outro chamado com baixo teor de cálcio. Denominada subclasse dos geopolímeros (MARVILAA, 2020).

São denominadas geopolímeros aglomerantes produzidos a partir de um material com baixo teor de cálcio, já aglomerantes álcalis ativados com um material amorfo, são chamados de álcali ativados (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009). Quando os materiais são produzidos com baixo teor de cálcio forma-se um gel alumionossilicato descrito como N-A-S-H (onde N= corresponde ao ativador alcalino sendo a base de sódio (Na) ou potássio(K); e A= representa a alumina do precursor). Já quando são a base de alto teor de cálcio formam um gel C-A-S-H ou em alguns casos C-(N/K) -A-S-H (PROVIS; BERNAL, 2014). De acordo com Provis e Van Deventer (2009), o sistema de reação composto pelo processo de álcali-ativação pode ser descrito em quatro fases:

- Dissolução
- Rearranjo
- Condensação
- Resolidificação

A primeira fase denominada dissolução gera produtos aluminatos e silicatos através de solução e formação de produtos na fase aquosa (ZHANG *et al.*, 2013). Davidovits (1991) considera que a dissolução de aluminossilicatos amorfos ocorre em sistemas com que possuem um pH alto de maneira rápida. A condensação e a formação de materiais álcali ativados depende

de parâmetros termodinâmicos e cinéticos, já a resolidificação acontece quando os núcleos atingem um tamanho crítico e os cristais começam a se desenvolver (BRUSCHI, 2020). Glukhovskiy (1994) considera que o mecanismo de ativação alcalina é composto por reações de destruição-condensação, onde os primeiros passos são a quebra de ligações covalentes Si-O-Si e Al-O-Si, acontecendo quando o pH da solução alcalina aumenta. Após isso ocorre um acúmulo de produtos destruídos, levando a uma terceira fase chamada condensada. Nesse sentido, a Figura 15 apresenta um método proposto por Glukhovskiy (1994) para sintetizar as fases de reação alcalina presente em geopolímeros.

Figura 15: Modelo de reação da ativação alcalina de geopolímeros



Fonte: Adaptado de DUXSON *et al.*, (2007).

2.5.1 Sistemas ativados por álcalis de alto teor de cálcio

Neste sistema envolve a ativação de matérias ricas em cálcio, como exemplo as escórias de alto forno (SiO_2 e CaO superiores a 70%) sendo um gel C-S-H (hidrato de silicato de cálcio) como produto de reação, semelhante ao gel obtido na hidratação do cimento Portland (PALOMO *et al.*, 2014). O principal produto nesse sistema é um CSH formado na fase inicial de hidratação, onde a fase de cristalização ocorre em fases mais tardias (KRIVENKO, 2017).

Estes sistemas são ativados em ambientes alcalinos relativamente moderados (GARCIA-LODEIRO *et al.* 2015) e temperatura ambiente (PACHECO-TORGAL *et al.* 2008).

Bezerra *et al.* (2019) investigaram o uso de rejeito de minério de ferro e cinzas com alto teor de cálcio álcali ativado para verificar seu potencial em materiais de construção. Autor concluiu em sua investigação que as cinzas com alto teor de cálcio e rejeitos de minério de ferro tem potenciais para o desenvolvimento de materiais de construção ecologicamente corretos.

2.5.2 Sistemas ativados por álcalis de baixo teor de cálcio.

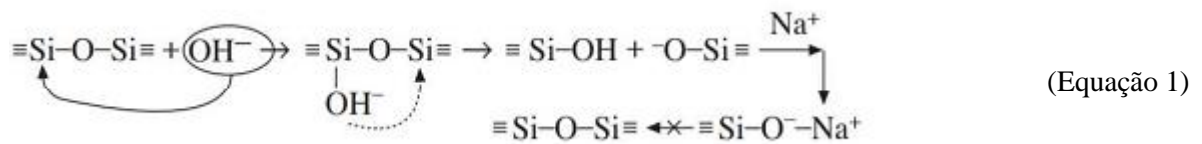
Neste sistema a álcali ativação é originada de materiais ricos em alumínio (Al_2O_3) e silício (SiO_2) (KUMAR *et al.* 2007). Exemplo de precursor nesse sistema são cinzas volantes de baixo teor de cálcio da Classe F (altamente pozolânicas). A composição química de um material classificado como F constitui mais de 70% de compostos pozolânicos SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 (MANGAT; LAMBERT, 2016). Sendo necessário condições de trabalho mais agressivas para iniciar as reações de composições de alto teor de cálcio, com temperaturas de cura de 60-200°C e meios altamente alcalinos (PALOMO *et al.*, 2014).

Esse sistema de baixo teor de cálcio, o aglutinante possui uma estrutura desordenada e seu principal produto é um gel de aluminossilicato (PROVIS; BERNAL, 2014). O autor ainda destaca que as aplicações de material alcalino ativado em baixo teor de cálcio pode ser usada como ligante tipo cimento ou como alternativa de baixo custo para cerâmicas queimadas.

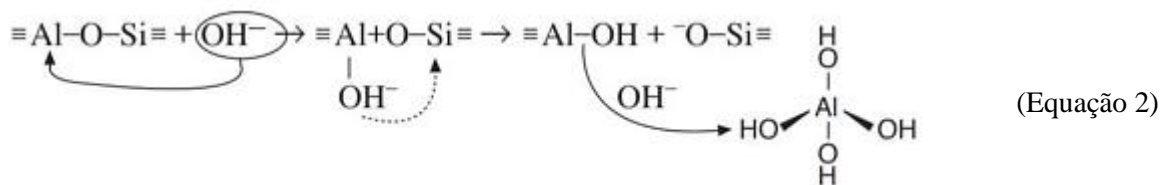
A ativação alcalina de um precursor de baixo teor de cálcio produz um gel amorfo de aluminossilicato, que se assemelha à estrutura de uma zeólita (MANGAT; LAMBERT, 2016). Sukmak, Horpibulsuk e Shen (2013) consideram que as reações desse sistema são sistematizadas em três fases:

- destruição-coagulação
- coagulação-condensação
- condensação-cristalização.

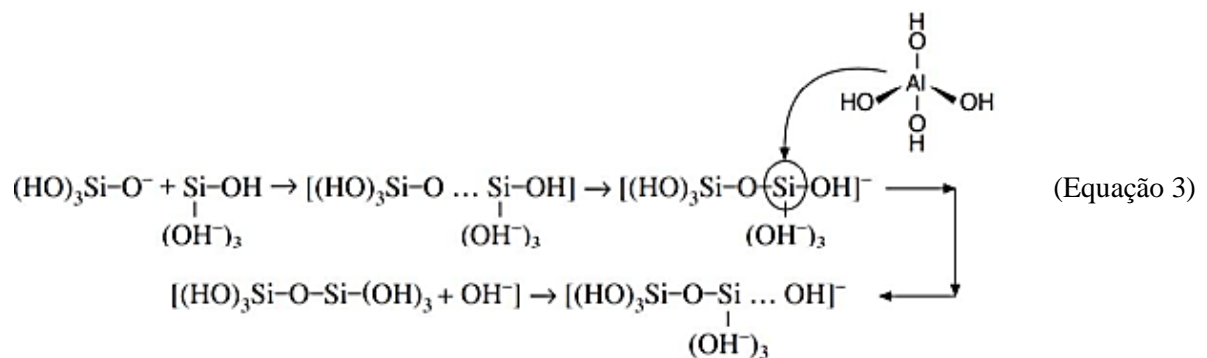
A primeira fase define-se pelo início do processo do ativador alcalino quebrar os íons das ligações Si-O-Si, após isso os íons se redistribuem sua densidade eletrônica em torno dos átomos de silício, enfraquecendo as ligações Si-O-Si, tornando-as sujeitas a ruptura. Com isso, esse ataque produzirá espécies de silanol (Si-OH) e siliato (-Si-O-) a carga negativa resultante se neutralizara na presença de cátion alcalino e a formação de ligações Si-O- Na^+ dificultara a reversão a siloxano (Si-O-Si) (PALOMO *et al.* 2014).



Complementando ainda pelas constatações do autor, os grupos OH^- também afetam as ligações Si-O-A.



A segunda etapa denominada coagulação- condensação, inicia-se a policondensação devido ao acúmulo de espécies iônicas que favorece o contato entre os produtos desagregados, sendo os monômeros de sílica interagem para formar dímeros que por sua vez reagem com outros monômeros para formação de polímeros (PALOMO *et al.* 2014).

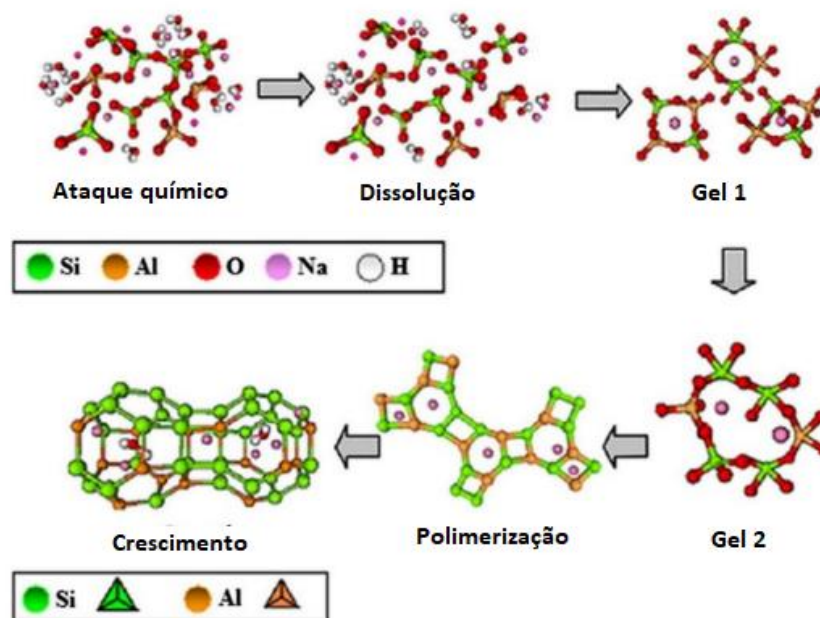


E por fim a última fase, na qual a presença de partículas na fase sólida favorece a precipitação do produto de reação, sendo que a mineralogia, composição química, ativador de cura e condições de cura dependeram da composição dos produtos (PALOMO *et al.* 2014). A etapa concluinte do álcali ativação possuindo baixo teor de cálcio produz uma matriz amorfa onde o componente principal é um gel denominado precursor geopolimérico (FRACARO, 2022).

A principal reação do produto formado nesse sistema é um polímero alcalino inorgânico tridimensional NASH ou geopolímero, sendo que a estrutura dos géis formados álcali ativados de materiais aluminossilicato com baixo teor de cálcio diferem dos géis formados por alto teor de cálcio (KRIVENKO, 2017).

Para a formação do gel NASH o modelo gráfico (Figura 16) apresenta os passos. Primeiro ocorre o processo químico da alcalinização que dependera do tipo de ativador usado e da fonte de aluminossilicato. Após ocorre a dissolução de alumínio e silício e polimerização e formação do gel 1 (que possui alto teor de alumínio) com isso transforma-se no gel 2 (contém mais teor de silício) e endurecimento do gel. Os produtos da reação nesse sistema são compostos de zeólitas como hidroxisodalita, zeólita-P, Na-chabasita, zeólita Y, faujasita (MASTALI *et al.* 2018).

Figura 16: Esquematização da formação do gel NASH



Fonte: Mastali *et al* (2018).

2.5.3 Sistemas intermediários ativados por álcali de cálcio - cimentos híbridos

Como exemplo desse sistema, a combinação da mistura entre cinzas volantes e escória de alto forno produz um ligante denominado híbrido, onde o cálcio da escória e a alumina e sílica das cinzas auxiliam as reações ativadas por álcali do ligante (MANGAT; LAMBERT, 2016). Além disso, o autor ainda destaca que o metacaulim desempenha papel importante sistemas híbridos com várias cinzas volantes e escorias, fornecendo Al no processo de reação. Palomo *et al* (2014) destacam que esse sistema é formado a partir da ativação alcalina de materiais com teores de CaO , SiO_2 e $\text{Al}_2\text{O}_3 > 20\%$.

Esses materiais definidos como híbridos podem ser divididos em dois grupos, segundo Palomo *et al* (2014): materiais com baixo teor de clínquer de cimento Portland e alta proporção

(acima de 70%) de adições minerais, como exemplo disso são cimento + escória, cimento + cinzas volantes, cimento + escória + cinzas volantes; e misturas que não contêm cimento Portland: escória de alto forno + cinzas volantes, escórias fosfóricas + escórias de alto forno + cinzas volantes.

2.6 PRECURSORES DO PROCESSO DE ÁLCALI-ATIVÇÃO

Os precursores mais comumente usados em pesquisas são cinzas volantes com baixo teor de cálcio, escória de alto forno e metacaulim, porém a literatura traz que o alto teor de cinzas e rejeitos de minério de ferro são também resíduos que chamam atenção e podem ser investigados como precursor (Bezerra *et al.*, 2019). Resíduos de minas, pedreiras e escavações são ricos em SiO_2 , Al_2O_3 , CaO e Fe_2O_3 , tornando-se com isso interessantes para utilização em ligantes álcali-ativados (MARUTHUPANDIAN *et al.* 2021).

Rejeitos de minas são de grande interesse como precursores na ativação alcalina por possuírem grandes quantidades de silício e alumínio, além disso como vantagem na ativação alcalina, o material final pode ser utilizado em aterros como material de construção em locais de mineração ou até mesmo substituir o descarte em barragens e projetar aterro seco (KIVENTERÃ *et al.*, 2020). Rejeitos de mineração atuando como um único precursor para a geopolimerização significa que eles fornecem quase todo o Si e Al reativos (XIALONG, 2020).

Além disso outra possibilidade de usar precursor é a utilização de mais de um precursor de forma conjunta, como por exemplo algum resíduo de cinza rica em sílica ou alumina, mas sem presença de CaO com um material rico em CaO ou alumina (SANTOS, 2021). Dentre eles, podem-se destacar resíduos como: a cinza do bagaço de cana-de-açúcar, cinza da casca de arroz, cinza de serragem, cinza de casca de coco, cal de carbureto e cal de casca de ovo, que quando comparados com agentes cimentícios tradicionais resultam em menores custos e contribuem para o desenvolvimento sustentável (BRUSCHI, 2020).

2.7 USO DE RESÍDUOS NA ATIVAÇÃO ALCALINA

Para uma geotecnia sustentável o uso de resíduos industriais é considerado uma prática viável, nesse sentido a utilização de cal de carbureto (resíduo da produção de gás acetileno) pode ser substituída da cal comercial além de não ser considerada um resíduo perigoso. A cal de carbureto possui excelentes características físicas, mineralógicas e químicas, sendo um material de baixo custo e eficaz e podendo ser usado na estabilização de solos (SALDANHA *et al.* 2018).

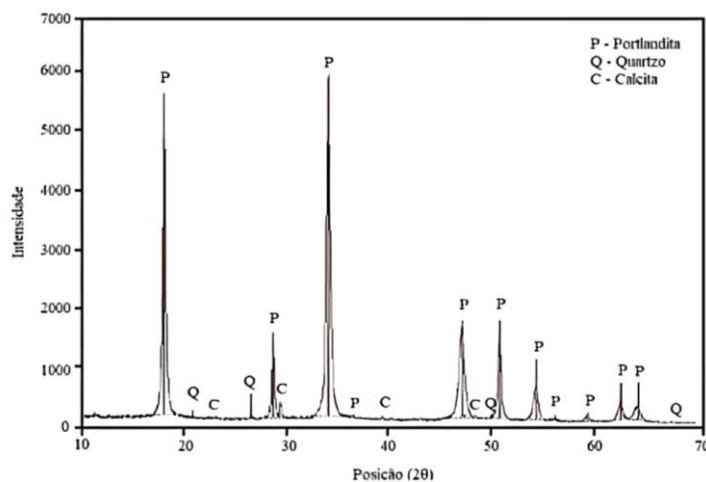
2.7.1 Cal de carbureto

É um subproduto gerado na produção comercial de acetileno gasoso, por reação de cálcio com água. Este resíduo é gerado na produção de gás acetileno no estado do Rio Grande do Sul, onde gera o subproduto chamada cal de carbureto, além disso por possuir alta alcalinidade acaba sendo considerado um resíduo poluidor do meio ambiente (SALDANHA, 2014).

O Brasil gera anualmente aproximadamente 17.000 toneladas de cal de carbureto (SALDANHA, 2014), apresentando grande potencial de aplicação na geotecnia reduzindo, assim, a necessidade de seu descarte em aterros como rejeito (BRUSCHI, 2020). A longo prazo apresentam potencial como estabilizante para melhorar propriedades mecânicas através de sua afinidade para o desenvolvimento de reações pozolânicas (LI; YI, 2020). Devida sua propriedade física e químicas favoráveis, como a presença de óxido de cálcio em abundância, a cal pode ser reciclada de forma eficaz e utilizada em diversas aplicações tanta na agricultura para correção do pH de solos, processos industriais, tratamento de água e esgoto, construção civil e na e na engenharia geotécnica afim de estabilizar solos (FILHO, 2019), representando o terceiro resíduo mais produzido mundialmente, atrás apenas da escória de ferro/aço e da escória de carvão (AKINWUMI *et al.*, 2019).

No trabalho desenvolvido por Lima (2022), o difratograma apresentou fases cristalinas, possibilitando assim a utilização do material para fins de álcali-ativação, como mostra a Figura 17.

Figura 17: Análise de DRX da cal de carbureto



Fonte: Lima (2022).

Além disso é um material composto na maioria das vezes por 70% a 90% de hidróxido de cálcio, com quantidades de carbonato de cálcio representando de 1% a 15%, e 5% a 10% de

carbonato silicáceo, acrescido também de impurezas inorgânicas. Consoli *et al.* (2019) e Servi (2022) relatam o uso da cal de carbureto em conjunto com materiais pozolânicos viável para estabilização de materiais geotécnicos, pois este apresenta uma melhora do comportamento mecânico de resistência, rigidez e durabilidade. No entanto a cal quando acrescida de água não resulta em um material cimentante, é necessário que faça uma combinação entre sílica e ou alumina para obter uma reação cimentícia (preferencialmente em fase amorfa), assim formará na presença de água cálcio hidratado de silício e cálcio hidratado de alumínio (CONSOLI *et al.*, 2019).

2.8 ATIVADORES DO PROCESSO DE ÁLCALI-ATIVAÇÃO

O elemento mais importante para assegurar a excelente qualidade das propriedades mecânicas e de duração de materiais ativados por álcali é a escolha do ativador adequado. Esse fator é crucial pois ele é capaz de provocar forte excitação alcalina, o que conseqüentemente favorece a despolimerização das substâncias presentes em matérias primas, tais como cálcio, silício e alumínio. Em segundo ponto o ativador favorece a criação de novos produtos de polimerização proporcionando excelentes propriedades mecânicas e durabilidade (LI *et al.* 2022).

Os tipos de ativadores são definidos na literatura como hidróxidos, sulfatos ou carbonatos de metais alcalinos, este quando diluído em água em determinada proporção podem endurecer o precursor; porém é necessário destacar os tipos de ativadores comumente usados em pesquisas que são os hidróxidos (sódio ou potássio) e silicatos (MARVILA *et al.* 2021). A autora ainda destaca em seu estudo que para obtenção de produtos com maior resistência o uso de silicato no processo de álcali ativação é necessário do que apenas usar o hidróxido sozinho.

Os ativadores mais usados e empregados na literatura são o NaOH (hidróxido de sódio), carbonato de sódio, sulfato de sódio e silicato de sódio. Contudo algumas pesquisas indicam que o KOH apresenta uma melhor resistência a compressão, porém o NaOH resulta em uma melhor dissolução do material aluminossilicato quando comparado ao KOH (POULESQUEN *et al.*, 2011; GERALDO, 2020).

Em contrapartida, o uso de ativadores alternativos são uma alternativa sustentável uma vez que os ativadores comerciais resultam na exploração de recursos naturais na sua produção, porém cabe ressaltar em alguns casos esses ativadores alternativos necessitam de tratamentos adicionais para torná-los adequados ao uso (Marvilaa, 2021). Azevedo *et al.* (2020) estudaram a utilização de vidro na substituição de silicato de sódio, concluindo que é preciso moer o

resíduo por um longo período, consumindo uma quantidade significativa de energia durante sua produção.

2.8.1 Silicato de sódio

O silicato de sódio, é amplamente utilizado, sendo o segundo produto mais usado na indústria, atuando como aglutinantes ou aditivos (Alam, 2019). Na construção civil por exemplo o seu uso se dá na estabilização de solos em diversos projetos geotécnicos, tais como perfuração, tunelamento e mineração é normalmente alcançada por intermédio do uso de silicatos (FONSCECA, 2021). Existe diversas aplicações para as soluções de silicato alcalino, incluindo a produção de geopolímeros (VIDAL *et al.*, 2018).

As soluções de silicato de sódio são boas para dissolução de aluminossilicatos, fazendo com que compostos cimentantes se formem mais rápido e resultando em materiais aglomerantes muito resistentes e duráveis (PACHECO-TORGAL; LABRINCHA, 2013) (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009) destacam que os geopolímeros se originam a partir da reação de uma solução alcalina que contém quantidades elevadas de hidróxido e ou silicato dissolvido.

A família dos silicatos apresenta vários compostos sendo os principais podendo ser na forma de ortossilicato de sódio (Na_4SiO_4), metassilicato de sódio (Na_2SiO_7), polissilicato de sódio ($[\text{Na}_2\text{SiO}_3]_n$), pirossilicato de sódio ($\text{Na}_6\text{Si}_2\text{O}_7$) (VOGT, 2019). O que incluem também os chamados silicatos alcalinos que podem conter de 1,5 a 4 mol de SiO_2 /mol H_2O . Estes por sua vez são compostos inorgânicos podendo ser de forma aquosas ou em forma sólida, resultante da composição de dióxido de silício SiO_2 (conhecido como sílica) com um óxido de metal alcalino como Na_2O ou K_2O .

Na área comercial, é frequente a separação dos silicatos em duas categorias: neutros e alcalinos; essa diferenciação é feita considerando a proporção entre os materiais ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$), silicatos com essa relação de 3,0 são considerados neutros, enquanto aqueles com a relação na faixa de 2,0 são classificados como alcalinos. E são especificados de acordo com o autor, através de:

- Sua fonte de álcalis
- Proporção de sílica para óxido de metal alcalino;
- Teor de água do silicato podendo ser hidratados, parcialmente hidratados ou ainda anidros.

Além disso a fabricação de silicato de sódio abrange as fases subsequentes: (FOLETTTO, 2006).

- Calcinação de uma mistura de carbonato de sódio (Na_2CO_3) e areia de quartzo natural (SiO_2) em fornos com temperatura de $1400^\circ\text{C} - 1500^\circ\text{C}$.
- Dissolução em água do vidro sólido obtido da primeira fase sob alta temperatura e pressão.
- Filtração
- Evaporação da água da solução de silicato para a produção de sódio sólido.

O autor ainda destaca que conseqüentemente essa necessidade de altas temperaturas para sua produção, mostra que requer intensa energia para sua obtenção. Além disso a quantidade de energia gasta conduz a emissões de poeira e CO_2 . Mesmo que os silicatos de sódio sintéticos sejam caros e prejudiciais ao meio ambiente em comparação com outros ativadores, ainda são uma opção viável em aplicações que demandam resistência excepcionalmente alta (LUUKKONEN, 2020).

Além de possuir características semelhantes às dos hidróxidos, também fornecem uma fonte de sílica que reage com o sistema álcali ativado (LIMA 2022). A existência de sílica em condição livre contribui para as reações pozolânicas estimuladas pelo ambiente alcalino, ao reagir com os íons de Ca^{2+} dispersos na mistura e formar produtos de reação em curto período de tempo. As soluções de silicato de sódio são boas para dissolução de aluminossilicatos, fazendo com que compostos cimentantes se formem mais rápido e resultando em materiais aglomerantes muito resistentes e duráveis (PACHECO-TORGAL; LABRINCHA, 2013).

Kooshestani (2020) considerou em sua pesquisa sobre geopolimerização de rejeitos de mineração com o uso de silicato de sódio, o pesquisador concluiu que esse elemento pode ser uma alternativa para a criação de aterros com pasta cimentada e ser usado como ligante único em materiais com baixa resistência para melhorar a resistência inicial. No entanto, em situações de gestão de resíduos, é importante levar em conta fatores financeiros antes de tomar uma decisão.

Cristelo (2011) desenvolveu um ligante álcali ativado com cinzas volantes e soluções alcalinas de hidróxido e silicato para estabilização de um solo areno- argiloso, com uma solução de silicato com densidade específica de 1,5 e proporção $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de aproximadamente 2:1 em massa. O autor concluiu como resultados de resistência a compressão simples de 45 Mpa aos 365 dias de cura.

2.9 FATORES IMPORTANTES PARA OBTER O PRODUTO ÁLCALI ATIVADO

Para as reações ocorrerem no processo de álcali ativação há fatores que se deve levar em consideração para que o processo de álcali ativação ocorra. Um desses fatores é o tipo de cura realizado. Estudos mostram que a ativação alcalina de precursores como cinzas volantes, metacaulim e escoria de alto forno com temperatura de cura de 25° C a 30° C e em estufa de 60° C a 90° C, que uma cura realizada a 60°C ocorre um aumento da resistência a compressão dos materiais, aumentando a reatividade, ao contrário de temperaturas elevadas como a 100° C favoreceria a perda de umidade prejudicando as reações alcalinas pois diminuiria os níveis de pH, aceleraria a carbonatação e um elevado teor de alumínio no material (MARVILAA *et al.* 2021).

Palomo *et al* (1999) consideram que a razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, a razão $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$, a fonte de aluminossilicato, a natureza do sólido, a concentração de ativador usado, a temperatura de cura, e a quantidade de água são fatores cruciais para obtenção de um geopolímero. Autores como Marin (2017), Consoli (2019) e Samaniego e Villalba (2016) verificaram que os primeiros 30 dias de cura amostras estabilizadas ocorreram um aumento de resistência, conforme passado os dias, verificaram uma redução dessa resistência até atingir a estabilização das reações.

Fracaro (2022) estudou a análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro submetido a ativação alcalina usando metacaulim e rejeito de minério de ferro, e constatou que os resultados a resistência necessitam de tempos prolongados de cura para sua efetividade. A autora obteve valores de resistência superiores aos 28 e 60 dias de cura a uma temperatura de cura de 23° C, comprovando sua efetividade. Silvani (2013) considera que o efeito de temperatura de cura esta estritamente ligado a resistência mecânica de solos estabilizados quimicamente.

Falah *et al* (2020) estudaram o efeito das propriedades do ativado e condições de cura na ativação alcalina de rejeitos de mina, constatando que a alcalinidade e temperatura de cura afetam as propriedades mecânicas e microestruturais das composições dos rejeitos de minério ativados por álcali. Sendo que a adição de 30% em peso de Na_2SiO_3 permite que o rejeito ativado melhore a resistência a compressão com um valor mais alto de 6,44 e 15,70 Mpa após 28 dias de cura a 40° C e 60° C.

Pacheco-Torgal e Labrincha (2013) consideram que produtos ricos em sílica são formados quando os materiais são submetidos a tempos de cura prolongado. Além disso o autor também considera que em sistemas com baixo teor de CaO condições mais

agressivas são necessárias como uma maior concentração alcalina e temperaturas de cura de 60 a 200° C.

Kase *et al* (2018) estudaram a criação de geopolímero de aluminossilicatos ricos em ferro com adição da casca de arroz, as amostras foram curadas a duas temperaturas; uma na temperatura ambiente e a outra a 90°C. os autores constaram que a resistência a flexão aumentou de 12 Mpa em cura ambiente para 40Mpa em cura a 90° C.

Nesse sentido, vários estudos, com diferentes concentrações, tempo de cura variados, temperatura elevadas ou temperatura ambiente, com diferentes materiais são avaliadas por autores verificando a melhor e mais ideal condição para se obter um produto álcali ativado, no entanto é perceptível que não há uma dosagem certa e material (resíduo) específico a ser utilizado, e sim lacunas ainda a serem completadas.

2. METODOLOGIA

Este item apresenta os materiais utilizados na presente pesquisa e os métodos que foram utilizados para obtenção dos resultados. Esses métodos incluem o programa experimental e os ensaios realizados em laboratório.

3.1 PROGRAMA EXPERIMENTAL

Como etapa 1, foi realizada uma avaliação do potencial do RMF para atuar como precursor em sistema de álcali ativação, por meio de um planejamento fatorial, avaliando em conjunto a influência da presença de cálcio no consumo de ativador alcalino, por meio de ensaios de resistência à compressão não-confinada. Em uma segunda etapa, foram realizadas análises químicas, mineralógicas, microestruturais e lixiviação de metais das amostras que apresentaram melhores resistências.

3.2. 2 Planejamento experimental

Planejamentos fatoriais são altamente eficazes em estudos que buscam analisar os impactos de dois ou mais elementos, pois permite a análise de todas as combinações possíveis entre os níveis desses elementos (MONTGOMERY, 2012). Nesse sentido optou-se por realizar um planejamento fatorial generalizado (DOE) conhecido como multinível. Pois neste estudo necessitou de uma maior amplitude de níveis a serem analisados, a fim de estudar a influência de dois fatores na variável resposta.

Esse tipo de planejamento é uma extensão do modelo de regressão tradicional quando variáveis são analisadas dispostas em vários níveis de agregação, ou seja, contemplam uma estrutura hierárquica dos dados considerando todas as correlações existentes (LAROS; MARCIANO, 2008).

Foram produzidos corpos de prova contendo diferentes relações de precursor/CCOH (para sistemas com alto, intermediário e baixo teor de cálcio, conforme Garcia-Londeiro *et al* (2015) e diferentes teores de álcalis (% Na₂O), sob os condicionantes de tempo de cura fixa e condição fixa de compactação, conforme Tabela 7. Este planejamento será realizado com 2 fatores controláveis e níveis diferentes com um bloco de tempo de cura em 7 dias, conforme a Tabela 7.

Tabela 7: Variáveis investigáveis

Fatores controláveis	
% Cal de carbureto/ % Relação precursor (RMF/CCOH)	5; 7,5; 10/ 90; 85; 80; 75; 70
% Silicato de sódio (Na ₂ SiO ₃)	10; 15; 20; 25; 30
Fatores fixados	
Umidade de cura (%) e temperatura de cura (°C)	95%- 23+-2°C
Tempo de cura	7 dias
Tipo de ativador	Silicato de sódio
Razão líquido/sólido	0,29
Fatores dependentes	
Resistencia a compressão simples (MPa)	

Fonte: Autor (2023).

Para definição da dosagem da quantidade de cal a ser utilizada foi proposto o teste de ICL (Consumo inicial de Cal), proposto por Rogers *et al* (1997), que tem por objetivo determinar o teor de cal necessário para estabilizar o pH da mistura quando usado teores de cal ideal até a sua estabilização de pH. Como resultado, obteve um pH estabilizado na mistura em 13,2 variando o teor de cal 2,5% a 7,5%. Assim, considerando estudos anteriores de Consoli (2019), estabeleceu-se um teor mínimo inicial de 5% de cal para criar um ambiente propício e favorecer processo de ativação alcalina.

Para a concentração de silicato de sódio foram avaliadas cinco concentrações diferentes: 10%, 15%, 20%, 25% e 30% em peso de massa sólida, baseados em dados experimentais de Falah *et al* (2020). Os autores estudaram efeitos das propriedades de ativador alcalino silicato de sódio e efeitos de cura em rejeitos de mineração de baixa alumina com estas mesmas concentrações.

Para a concentração de cal foram definidas em três níveis: 5%, 7,5% e 10%. O teor (%) de RMF usado, foi ajustado conforme uma relação fixada em 0,29 para razão líquido/sólido, com o objetivo de haver uma proporção para todos os corpos e prova em peso de massa (g), optando assim por não variar a umidade (%). Todos os resultados, por fim, foram comparados seguindo as mesmas variáveis e níveis, mas sem a presença do ativador alcalino, sendo este um outro bloco de experimentos.

A temperatura de cura foi fixada em 23±2°C, simulando a temperatura ambiente para uma eventual aplicação prática. Com as dosagens definidas foram produzidos corpos de prova e realizados ensaios de resistência à compressão simples.

3.2 MATERIAIS

Nesta pesquisa serão utilizados os seguintes materiais: rejeito de mineração de ferro (RMF), como potencial precursor e fonte de aluminossilicatos; cal de carbureto como fonte de cálcio; e silicato de sódio comercial como ativador alcalino.

3.2.1 Rejeito de minério de ferro

O resíduo de minério de ferro usado no presente estudo é oriundo da produção de minério de ferro produzido no estado de Minas Gerais - Brasil. O local onde os processos de lavra, extração e tratamento do resíduo acontecem fica localizado no Quadrilátero Ferrífero, como mostra a Figura 18.

A amostra recebida foi cedida pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). O resíduo em forma de uma pasta, foi seco em estufa a 105° C e após feito o destorroamento e peneiramento, conforme NBR 6457 (ABNT, 2016), ficando na consistência da Figura 19, pronto para compor a mistura do aglomerante.

Figura 18: Localização do Quadrilátero Ferrífero



Fonte: Carvalho (2014).

Figura 19: Rejeito de minério de ferro

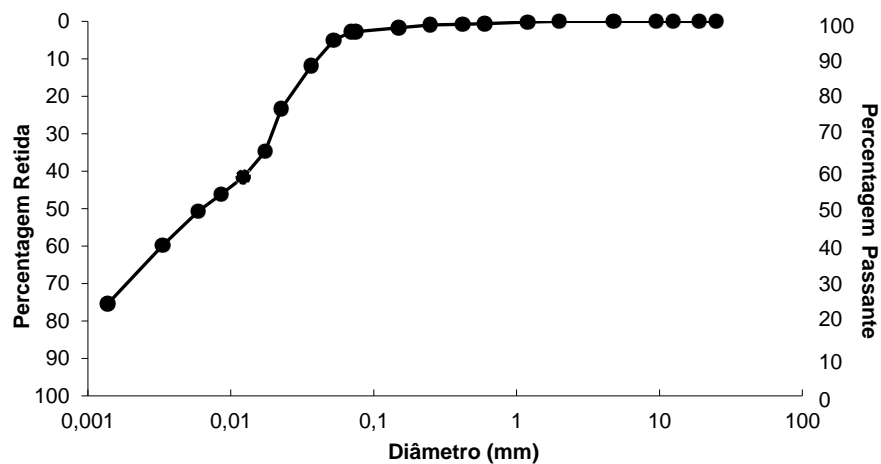


Fonte: Autor (2023).

3.2.1.1 Caracterização do rejeito de mineração de ferro

A curva de distribuição granulométrica do rejeito de minério de ferro, realizada através de sedimentação e peneiramento é apresentada na Figura 20. Observou que o rejeito de minério de ferro estudado é formado em sua composição por Argila (42,24%), Silte (37,20%) e areia fina (18,0%), como mostra a Tabela 8. Os procedimentos para caracterização da distribuição granulométrica seguiram a Norma NBR 7181 (ABNT, 2018).

Figura 20: Curva de distribuição granulométrica



Fonte: Autor (2023)

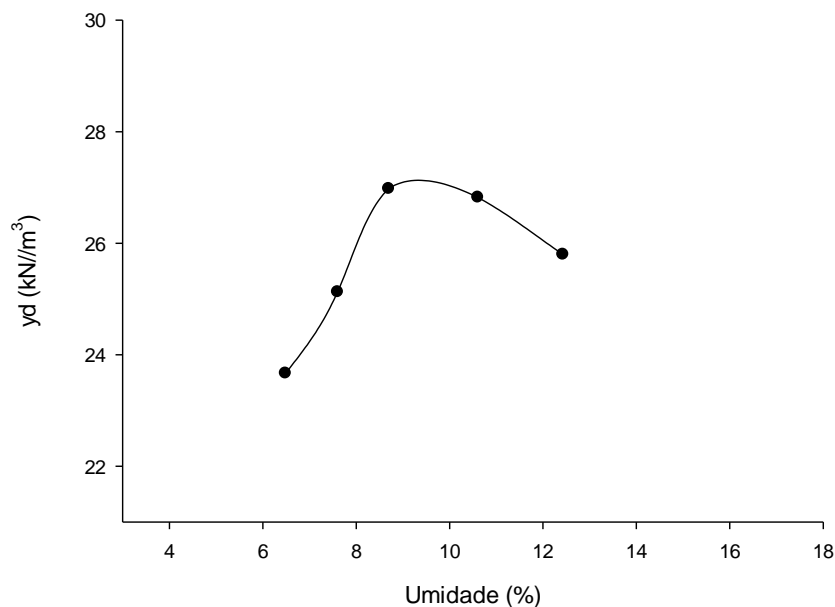
Tabela 8: Distribuição granulométrica do RMF

Amostra	Argila (%)	Silte (%)	Areia fina (%)	Areia média (%)	Areia grossa (%)	Pedregulho (%)
RMF	42,24	37,20	19,76	0,80	0,00	0,00

Fonte: Autor (2023).

Para o ensaio de compactação foram seguidos os procedimentos descritos na NBR 7182 (ABNT, 2020); com energia Proctor modificada. A Figura 21 apresenta a curva de compactação em que foi possível determinar a umidade ótima e o peso específico aparente seco máximo. O peso específico seco máximo (y_d) obtido foi 26,98 kN/m³ e umidade ótima ($w_{ót}$) de 8,68%. Resultados esses foram próximos aos encontrados na literatura, já supracitados.

Figura 21: Curva de compactação do RMF

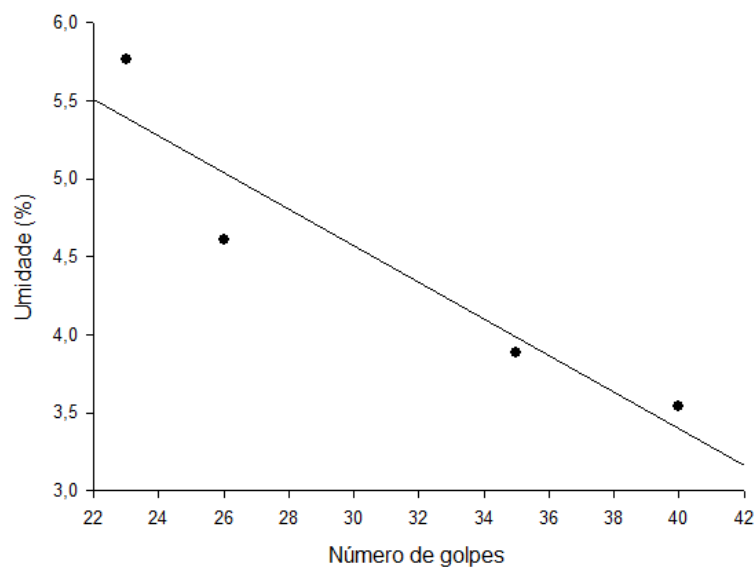


Fonte: Autor (2023).

Para a obtenção da massa específica real dos grãos do rejeito de minério de ferro o ensaio foi realizado pelo método do picnômetro NBR 6508 (ABNT, 2016), obtendo como resultado 3,60g/cm³. Faria (2023) obteve através do mesmo ensaio uma massa específica de 3,062 g/cm³. Pequena diferença, porém, é possível observar que apesar de ser um valor relativamente alto de massa específica, ele se enquadra nos valores obtidos

Quanto aos limites de consistência [NBR 6459 (ABNT, 2017); NBR 7180 (ABNT, 2016)]. O rejeito de minério de ferro apresentou um limite de liquidez de 5,16% (Figura 22) e não apresentou limite de plasticidade, resultando em um material denominado não-plástico.

Figura 22: Limite de liquidez do RMF



Fonte: Autor (2023).

Na caracterização química do RMF por fluorescência de Raios-x (FRX), foi realizada em amostra prensada, na calibração STD -1 (Standarless), relativa a análise sem padrões dos elementos químicos compreendidos entre flúor e urânio, em equipamento Malvern Panalytical, modelo Zetium, com perda ao fogo (PF) realizada a 1.020°C por 2 horas. Como mostra a Tabela 10, houve a predominância de dióxido de silício (SiO_2) – 14,6%, óxido de ferro (Fe_2O_3) – 70,0 % e óxido de alumínio (Al_2O_3) – 7,5 %, além de outros óxidos em pequenas proporções.

É possível observar um alto teor de óxido de ferro no RMF. Para corroborar, pesquisas apontam a possibilidade utilização de precursores com teores altos de ferro na produção de produtos álcali ativados. Defáveri *et al* (2019) estudaram a utilização de rejeito de barragem de ferro na produção de geopolímeros, constatando o bom desempenho do RMF de geopolímeros com alta resistência à compressão e flexão. Hu *et al.* (2018) comprovaram o uso do RMF na resistência de geopolímeros de lama vermelha contendo 35% de Fe_2O_3 em sua composição, concluindo que é possível o ferro atuar em matrizes geopoliméricas.

Tabela 9: Composição química do RMF

Elemento	Rejeito de mineração de ferro
Na ₂ O (%)	0,02
MgO (%)	0,19
Al ₂ O ₃	7,50
SiO ₂ (%)	14,6
P ₂ O ₅ (%)	0,21
SO ₃ (%)	0,07
Cl (%)	0,01
K ₂ O (%)	0,25
CaO (%)	0,02
TiO ₂ (%)	0,25
V ₂ O ₅ (%)	0,02
MnO (%)	0,31
Fe ₂ O ₃ (%)	70,0
NiO (%)	<0,01
ZnO (%)	0,01
Y ₂ O ₃ (%)	<0,01
ZrO ₂ (%)	<0,01
BaO (%)	0,02
PbO (%)	<0,01
PF (%)	6,53

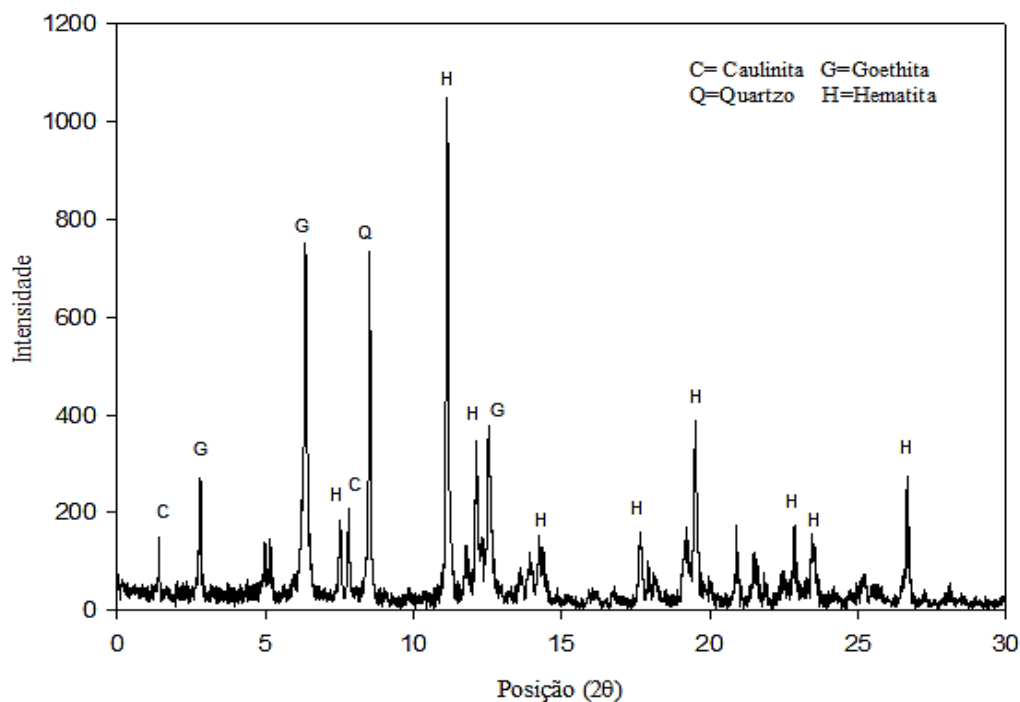
Para a análise mineralógica (difratometria de raios-X, DRX), foi usado um equipamento: em difratômetro marca Siemens - BRUKER AXS, modelo D-5000 (θ - 2θ)] equipado com tubo de ânodo fixo de Cu ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 25 mA. em intervalo angular de 2 a $72^\circ 2\theta$ e em passo de $0.05^\circ/1s$).

A importância da análise mineralógica se dá através da verificação se as fases se encontram em fase amorfa ou em fases de arranjos cristalinos. Estruturas amorfas são consideradas mais reativas do que as cristalinas devido a maior mobilidade e localização dos seus átomos (WALKER; PAVÍA, 2010), sendo, portanto, materiais propícios a serem usados como precursores em álcali-ativação.

A análise mineralógica por DRX (Figura 23) apresentou 4 fases cristalinas na amostra de Rejeito de minério de ferro: Caulinita ($\text{Al}_2\text{H}_4\text{O}_5\text{Si}_2$), Quartzo (SiO_2), Hematita (Fe_2O_3), Goethita (FeHO_3), o que mostra, tendo como base a composição química (FRX) que há predominância de fases cristalinas e, portanto, pouco reativas.

Em relação aos minerais encontrados, a presença de quartzo comprova a origem do rejeito oriunda do seu processo de beneficiamento, já a hematita explica o alto teor de ferro encontrado na amostra. Barbosa *et al* (2009) consideram que a presença de goethita em rejeito de minério de ferro se dá ao fato de a hematita poder ser hidratada e transformar-se em goethita.

Figura 23: Análise de DRX da amostra do RMF



Fonte: Autor (2023).

3.2.2 Cal de carbureto

A cal de carbureto foi obtida através da indústria White Martins Gases S.A localizada na cidade de Sapucaia do Sul-RS, Brasil, sendo a mesma resultante de processo de produção de gás acetileno. A amostra foi seca em estufa e passada na peneira de malha #200 ($d < 0,075\text{mm}$), ficando na consistência de pó como mostra a Figura 24.

Posteriormente a amostra foi armazenada em embalagem hermética afim de evitar o contato com o ar. Bruschi (2020) enfatiza que quando a cal é exposta sem armazenagem, o óxido de Cálcio presente na cal reage com o dióxido de carbono presente no ar, ocasionando na formação de carbonato de cálcio.

Além disso, a cal de carbureto já foi caracterizada por Pelisser (2022a) através de ensaios de FRX, para verificação de seus componentes químicos e DRX para verificar seus componentes mineralógicos.

A Tabela 10 apresenta de elementos químicos bem com suas respectivas porcentagens. Sendo possível observar uma maior predominância de óxido de cálcio (CaO) com 71,1% na composição da amostra de cal de carbureto.

Tabela 10: Composição química da cal de carbureto

Amostra	Componentes
MgO (%)	0,11
Al ₂ O ₃ (%)	0,28
SiO ₂ (%)	1,10
P ₂ O ₅ (%)	<0,01
SO ₃ (%)	0,28
Cl (%)	0,02
K ₂ O (%)	Nd
CaO (%)	71,1
MnO (%)	Nd
Fe ₂ O ₃ (%)	0,18
NiO (%)	0,01
CuO(%)	<0,01
ZnO (%)	Nd
SrO (%)	0,13
PF (%)	26,8

0,01%- Limite de quantificação FRX

Nd- não detectado

Fonte: Pelisser (2022).

A utilização de materiais que contém cálcio favorece uma configuração das propriedades geoplíméricas mais rápidas e uma maior resistência a compressão, em comparação com materiais que não contém cálcio (REIG *et al.* 2018). Isso deve-se ao fato da formação de géis de hidratação adicionais como hidrato de silicato de cálcio (CSH) e hidrato de aluminato de silicato de cálcio, onde a precipitação das suas fases podem melhorar a dissolução de aluminossilicato e a reação de geopolimerização em matrizes alcalinas (REIG *et al.* 2018; TEMUJIN *et al.*, 2009; XIAOLONG *et al.*, 2021).

Para complementar a análise de DRX da cal de carbureto de Pelisser (2022), constatou a presença dos seguintes minerais: Portlandita [Ca (OH)²] e Calcita (CaCO₃).

Figura 24: Cal de carbureto



Fonte: Autor (2023).

3.2.3 Água

Utilizou-se na pesquisa água destilada proveniente da Universidade Federal da Fronteira Sul – Campus Erechim (UFFS), onde foi realizada as misturas do aglomerante.

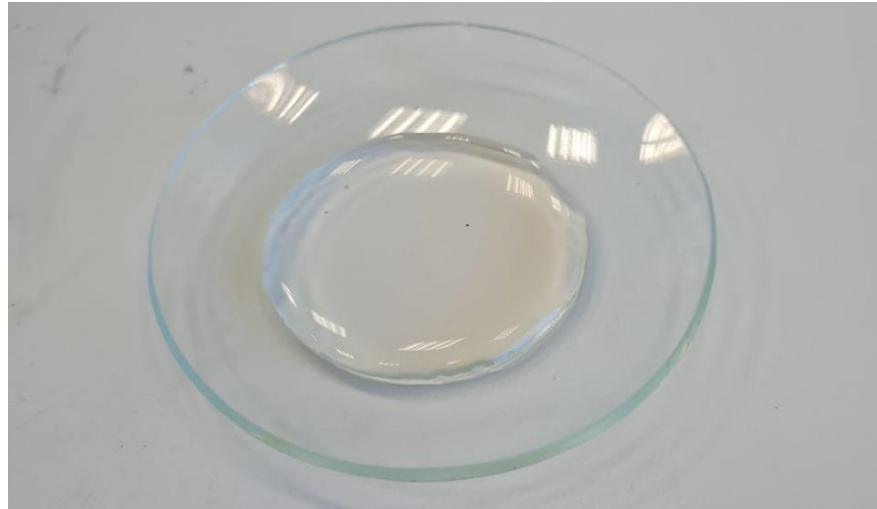
3.2.4 Silicato de sódio

O silicato de sódio ($\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$), usado como ativador na mistura foi produzido pela empresa Nova cinética Industria e comércio de produtos químicos Ltda. Suas especificações compostas pelo lote, é apresentada na Tabela 11, e sua textura (densa) é apresentada na Figura 25.

Tabela 11: Composição do silicato de sódio (Nova cinética Industria e comércio de produtos químicos Ltda, 2023)

$\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$	P.M: 242,23
Concentração (SiO_2)	31,0-35,0%
Concentração (Na_2O)	14,0- 16,0%
Relação $\text{SiO}_2/ \text{Na}_2\text{O}$	2,10- 2,40
Sólidos Totais	45,0 -51%
Densidade (g/mL a 25°C)	1,570-1,600

Figura 25: Silicato de sódio



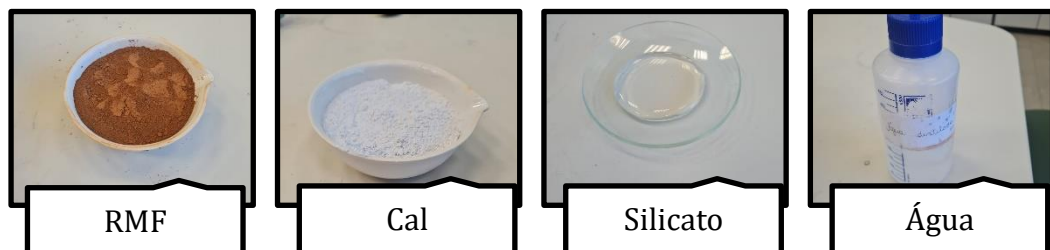
Fonte: Autor (2023).

3.3. MÉTODOS

3.3.1 Moldagem dos corpos de prova

Para a moldagem dos corpos de prova foi utilizado cilindro de PVC com altura de 50mm e diâmetro de 25mm envoltos com fita isolante para facilitar a desmoldagem. Após o material todo preparado e caracterizado e definido as dosagens que seriam utilizadas, iniciou-se a separação dos materiais e posteriormente a pesagem do Rejeito de minério de ferro, cal de carbureto, silicato de sódio e água, conforme a Figura 26.

Figura 26: Separação de materiais e pesagem





Fonte: Autor (2023).

Com a mistura pesada e para não ocorrer perda de material, a mesma foi colocada diretamente dentro do molde de PVC e com auxílio de uma colher foi homogeneizado no próprio molde, sendo posteriormente compactados com leve batidas com a intenção de eliminar os possíveis números de vazios e bolhas de ar (Figura 27 a). Em seguida o processo foi repetido para as demais amostras, totalizando 45 corpos de prova (Figura 27 b).

Figura 27: Moldagem dos corpos de prova



(a)



(b)

Fonte: Autor (2023).

Realizado os 45 moldes, as amostras foram colocadas em uma sala com temperatura controlada de $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e curadas durante 7 dias. Após decorridos 7 dias, as amostras foram desmoldadas (Figura 28), pesadas e medidas com o auxílio de um paquímetro sua altura e diâmetro real.

Figura 28: Corpos de prova



Fonte: Autor (2023).

Em seguida as amostras foram submetidas a resistência compressão simples através de uma prensa simples automática (Figura 29) com célula de carga com capacidade máxima de 10000 kgf, conforme C39 (ASTM, 2020). Os resultados de resistência a compressão não-confinada foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) do efeito dos fatores e modelo de regressão.

Figura 29: Prensa simples automática



Fonte: Autor (2023).

3.3.2 Avaliação das propriedades químicas, mineralógicas e lixiviação de metais do aglomerante produzido

As amostras de aglomerantes produzidos que apresentaram os melhores resultados de resistência à compressão não-confinada foram analisados por meio de FTIR, DRX, obtendo a determinação das características químicas e mineralógicas, respectivamente.

Foi submetido à análise em espectrômetro de infravermelho com transformada de Fourier (PerkinElmer, FT-IR Spectrum 100S, Estados Unidos), no intervalo de número de onda de 600–4000 cm^{-1} . A preparação das amostras consistiu no método do pó, no qual o material passante na malha de 0,075mm e posteriormente foi submetido ao ensaio.

A Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) é uma análise que possibilita identificar a presença de grupos funcionais e ligações, na estrutura de uma amostra. é um processo que utiliza várias frequências de absorção para identificar a estrutura atômica e os grupos funcionais encontrados (ALVARENGA, 2018). Essa metodologia se fundamenta na ideia de que as conexões químicas das substâncias apresentam frequências de vibrações distintas, as quais correspondem aos níveis de energia da molécula (GARCIA-LODEIRO et al., 2011).

Para avaliar o encapsulamento de metais, as amostras álcali-ativadas quando ao seu comportamento ambiental afim de investigar os metais presentes nas misturas, fez -se o uso de ensaios de lixiviação pelo procedimento indicado na NBR 10.005 (ABNT, 2004b). A fim de caracterizar o solubilizado do rejeito de minério utilizado nas amostras, foi realizado teste de solubilização seguindo procedimento da NBR 10.006 (ABNT, 2004c). De forma resumida, o procedimento para o ensaio de lixiviação consiste em misturar uma amostra do resíduo (100g de RMF) com água destilada e submeter a agitação magnética por 5 minutos, em seguida é determinado o pH. Se o pH for inferior a 5 adiciona-se solução extratora nº 1 (solução de ácido acético e hidróxido de sódio), caso o pH for superior a 5 adiciona-se 3,5 ml de ácido clorídrico e posterior aquecimento por 10 minutos a 50 °C, após isso esfriar a solução e medir novamente o pH, se este for menor que 5 utiliza-se a extração 1 e se for maior utiliza-se a extração 2. Na sequência a mistura é colocada em frascos de politetrafluoretileno e submetida a agitação por 18 horas a 30 rpm em um agitador rotatório. Por fim, realiza-se a filtração a vácuo, e obtendo extrato lixiviado para posterior análises. A técnica utilizada foi de espectrometria de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES da marca Shimadzu®). Já para o ensaio de solubilizado consiste em misturar a amostra do resíduo (250g de RMF) com água destilada (1L) em um béquer e submeter a agitação magnética por 5 minutos. Posteriormente o recipiente

é coberto com filme de PVC e mantido em repouso por 7 dias a uma temperatura de 25° C e após esse período a mistura é filtrada de forma a vácuo, obtendo-se o extrato solubilizado.

Foram realizados a coleta de amostras dos corpos de prova de interesse e o subsequente processo de paralisação das reações químicas, conforme metodologia de Padilla-Encinas *et al* (2020), no qual as amostras foram imersas em acetona e até o momento da execução das análises mantidas acondicionadas em sacos herméticos para evitar o contato com ar e umidade.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item será apresentado os resultados de resistência a compressão simples e análise estatística, além do comparativo feito com amostra sem ativador e finalizando com análises químicas, mineralógicas, microestruturais e de lixiviação do aglomerante produzido.

4.1 AVALIAÇÃO DO RMF COMO POTENCIAL PRECURSOR E INFLUÊNCIA DE CÁLCIO NO CONSUMO DE ATIVADOR ALCALINO

4.1.1 Resistência a compressão simples

Os resultados obtidos de resistência a compressão simples do aglomerante álcali ativado no tempo de cura de 7 dias são apresentados na Tabela 12. Os dados apresentados nela, foram obtidos através da média feitas para os tratamentos.

Tabela 12: Resistência a compressão simples

Tratamento	Variáveis		Resistência à compressão simples	
	Cal (%)	Silicato (%)	kPa	MPa
1	5	10	187,19	0,18
2	5	15	71,41	0,07
3	5	20	66,89	0,06
4	5	25	66,33	0,06
5	5	30	49,907	0,04
6	7,5	10	178,29	0,17
7	7,5	15	201,39	0,20
8	7,5	20	68,45	0,06
9	7,5	25	130,31	0,13
10	7,5	30	177,93	0,17
11	10	10	201,22	0,20
12	10	15	265,006	0,26
13	10	20	276,44	0,27
14	10	25	105,04	0,10
15	10	30	157,44	0,15

Fonte: Autor (2023).

A resistência máxima alcançada foi 276,44 kPa ou 0,27 Mpa para 7dias de cura com o tratamento 13. A dosagem desse tratamento contém 10% de cal e 20% de silicato de sódio. As análises químicas, mineralógicas, microestruturais e de lixiviação apresentadas na sequência foram realizadas com os valores máximos obtidos para os três percentuais de cal de carbureto utilizada (5; 7,5;10). Para a variável 5% cal obteve o valor máximo de 187,19 kPa ou 0,18 MPa resultante do tratamento 1 que será denominada AAA1 (Aglomerante álcali ativado 1); para a variável 7,5% cal obteve-se o valor máximo de 201,39 kPa ou 0,20 MPa resultante do

tratamento 7, denominado AAA7; e por fim para a variável 10% cal obteve o valor máximo de resistência 0,27 MPa resultante do tratamento 13 (AAA13). Pode-se inferir que a dosagem com 10% de CC e 20% de SS foi responsável pelo ganho de resistência inicial, na medida em que a adição de silicato proporciona o aumento de pH necessário para a dissolução do precursor. Além disso a adição máxima de 10% de CC contribuiu para o ganho de resistência, pois a adição de cal em um sistema álcali-ativado favorece uma configuração das propriedades geoplíméricas mais rápida (Reig *et al.* 2018).

4.1.2 Análise de variância (ANOVA)

Os resultados de resistência a compressão simples foram avaliados através da análise de variância (ANOVA) realizada pelo software *Minitab*, ao nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$), apresentando com isso uma confiabilidade de 95%. Verificou-se a significância dos efeitos principais bem como suas interações. Os resultados da análise para a variável resposta de resistência à compressão simples são apresentados na Tabela 13.

Com base nos resultados da ANOVA avaliada por meio de modelo linear com interação, os efeitos principais do % cal (valor de $P = 0,000$), % silicato (valor de $P = 0,001$) e interação entre essas duas variáveis (valor de $P = 0,001$), resultaram estatisticamente significativos, como podem ser observados na Tabela 12. Isso significa que todos os fatores controláveis assim como suas interações influenciam significativamente e de maneira linear na resistência das amostras.

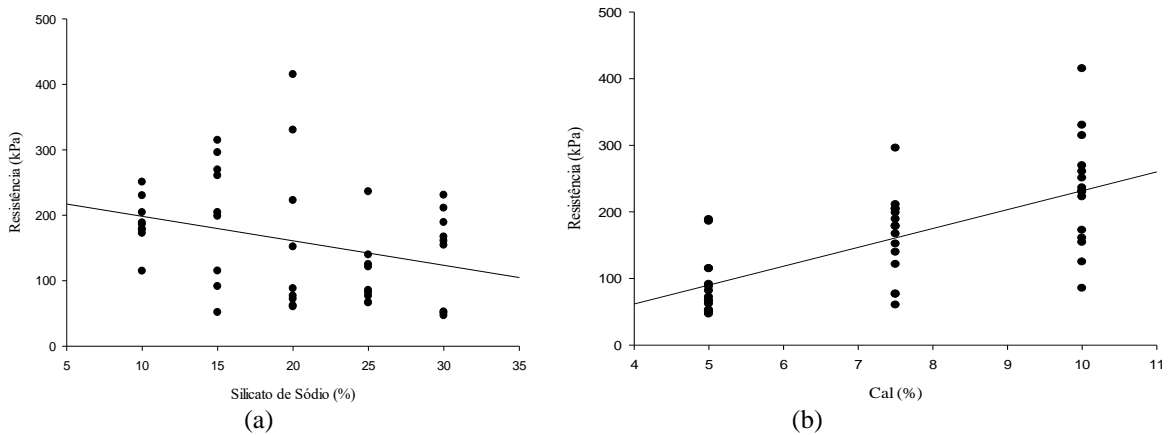
Tabela 13: Análise de variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P	Significativo
Modelo	14	273704	19550	9,81	0,000	Sim
Linear	6	198233	33039	16,57	0,000	Sim
% Cal	2	150701	75350	37,80	0,000	Sim
% Silicato de Sódio	4	47532	11883	5,96	0,001	Sim
Interações de 2 fatores	8	75471	9434	4,73	0,001	Sim
% Cal*% Silicato de Sódio	8	75471	9434	4,73	0,001	Sim
Erro	30	59801	1993			
Total	44	333506				

O próximo passo da análise estatística foi avaliar os efeitos principais, bem como suas interações. Os diagramas a e b da Figura 30 representam uma correlação entre as variáveis. Na Figura 32a nota-se uma influência negativa da % de silicato de sódio na resistência a

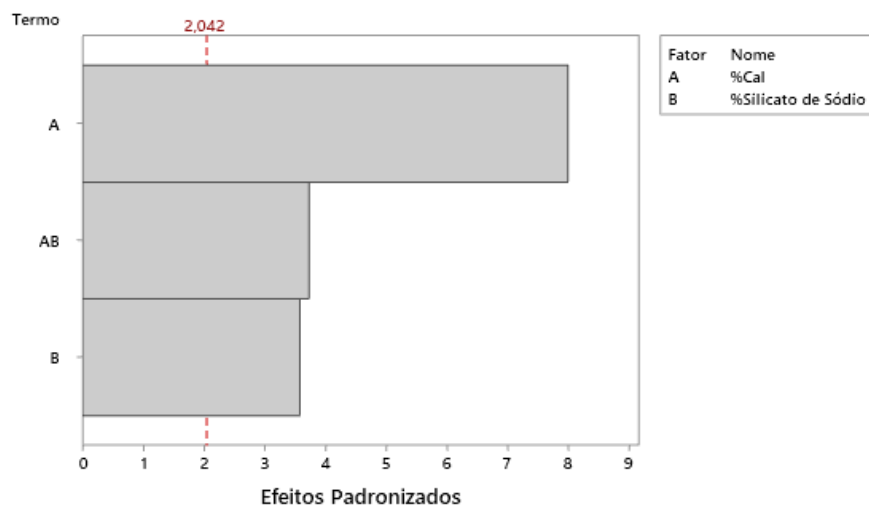
compressão simples. Já para a Figura 32b, há uma influência, pois, conforme o % de cal aumenta, há um aumento na resistência a compressão simples.

Figura 30: Efeito das variáveis silicato de sódio (a) e % de Cal (b) sobre a resistência a compressão simples



Os dados do Gráfico de Pareto (Figura 31) demonstram que para o ensaio de resistência a compressão simples da pasta álcali-ativada, os dois fatores A e B, assim como a sua interação de segunda ordem AB influenciam significativamente na variável resposta. O fator correspondente ao percentual de Cal (A) tem maior relevância entre os fatores considerados significativos, seguido da interação entre a porcentagem de cal e a porcentagem de silicato de Sódio (A e B) e por fim o fator do percentual de silicato (B) se apresenta com o menos influente.

Figura 31: Pareto dos efeitos padronizados



No gráfico de interações (Figura 32), é notável que para a concentração 20% SS e 10% CC (linha verde) atingiu-se o ponto maior para a resistência a compressão. Já para os

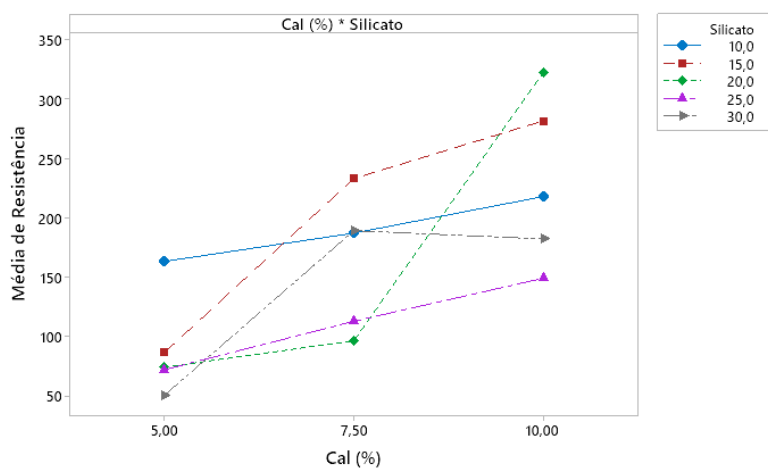
tratamentos com a concentração máxima de silicato de sódio (30%), não se observou os melhores ganhos de resistência. Isso pressupõe que o excesso de Na_2SiO_3 acaba limitando a formação de matrizes geopoliméricas devido a precipitação da fase Si/Al, causada pelas maiores adições de Cal, o que explica a interação entre essas variáveis. O excesso de silicato não dissolvido reduz a quantidade de silício ativo na solução de reação (LI *et al.*, 2010).

Li *et al* (2022), ao estudaram a melhoria de propriedades mecânicas para materiais álcali ativados com silicato de sódio e escória de alto forno, concluíram que quando a concentração de silicato de sódio aumentou de 5% para 15% a resistência foi de 34,6 MPa e depois diminui para 28,6 MPa, respectivamente. Tal fato pode explicar-se que houve uma dissolução do silício ativo na solução antes que o mesmo desempenhasse um progresso

Koohestani *et al.*, (2021) estudaram mecanismos de geopolimerização de rejeitos de mineração de Cu/ Zn, investigando diferentes valores de pH com silicato de sódio, concluindo que um aumento do teor de silicato de sódio diminui o nível de geopolomerização, atrasa o processo de endurecimento e adia o processo de desenvolvimento de resistência.

Ahmari *et al* (2012) estudaram diferentes ativadores alcalinos (NaOH , Na_2SiO_3 e NaAlO_2) nas formulações de matrizes geopolímeras com rejeitos de cobre, usando diferentes tipos de cura (60,75,90 e 120° C). A incorporação de Na_2SiO_3 na solução de NaOH alterou para $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$, no entanto o excesso de Na_2SiO_3 limitou a aceleração da geopolimerização e a formação de oligômeros em estágio inicial da reação, impedindo uma maior dissolução de Al e Si, resultando na diminuição de resistência.

Figura 32: Interação para resistência



4.2 COMPARAÇÃO DA MISTURA SEM ATIVADOR

Este tópico será enfoque da comparação entre o aglomerante álcali ativado ($\text{RMF} + \text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7 + \text{cal}$) e da amostra sem silicato de sódio (Branco – $\text{RMF} + \text{cal}$), para comprovação da eficiência da dosagem trabalhada e do uso de ativador na mistura.

Para o Branco, foi utilizada as mesmas condições usadas no aglomerante, teores de cal em 5,0%, 7,5% e 10% e também as mesmas condições de temperatura e tempo de cura, sendo ajustadas a concentração de RMF para fixar a quantidade de água usada na mistura. Foram realizadas três repetições para cada % de cal. A Figura 33 mostra as amostras já desmoldadas após os 7 dias de cura.

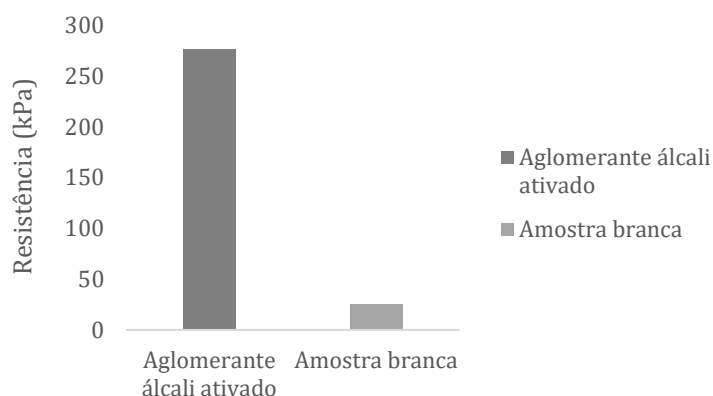
Já a Figura 34, ilustra o comparativo entre as resistências obtidas nos 7 dias de cura na mistura do aglomerante do Branco, plotados juntamente com a máxima resistência encontrada. Observa-se que a resistência a compressão simples do aglomerante é 92% superior que na amostra sem ativador alcalino, o que já era esperado, devido a utilização de ativador ser crucial para se obter resistências em materiais álcali ativados.

Figura 33: Corpos de prova amostra sem ativador



Fonte: Autor (2023).

Figura 34: Gráfico comparativo de valores de resistência: aglomerante álcali ativado versus amostra branca em 7 dias de cura



Fonte: Autor (2023).

4.3 AVALIAÇÃO MINERÁLOGICA, QUÍMICA E LIXIVIAÇÃO DE METAIS DOS AGLOMERANTES PRODUZIDOS

4.3.1 Avaliação mineralógica

Nesta seção serão apresentados os resultados das análises de difratometria de Raio- X (DRX), realizadas nas amostras com valores máximos de resistência a compressão obtidos na análise estatística para o tempo de cura de 7 dias, com a finalidade de determinar o desempenho e produtos de hidratação obtido nas amostras.

A Figura 35 mostra os padrões de difratogramas de raios X dos sólidos obtidos nas reações dos rejeitos de ferro com cal e silicato de sódio incluindo também o padrão de DRX do Rejeito de minério de ferro (RMF) para efeito de comparação.

O difratograma do RMF apresenta 4 fases cristalinas: Caulinita ($\text{Al}_2\text{H}_4\text{O}_5\text{Si}_2$), Quartzo (SiO_2), Hematita (Fe_2O_3), Goethita (FeHO_3). Os materiais AAA-1 (5 % de cal), AAA7 (10 % de cal), AAA-13 (10 % de cal) e Amostra branca (10% de cal), também apresentaram picos de Goethita, Quartzo e Hematita e outros minerais em proporções menores. Constatando-se que independente da proporção da mistura do aglomerante, os principais minerais identificados foram os mesmos. Fato semelhante foi observado por Zhang *et al* (2019) e Geraldo (2020), ao avaliarem difratogramas em pastas álcali ativadas a base de metacaulim.

Outro fato semelhante foi observado no estudo de Elói (2020), ao avaliar difratogramas de pastas álcali ativadas com rejeito de minério de ferro e sílica ativa. O autor constatou que fases como quartzo, hematita e goethita estavam presentes no material bruto (RMF) e também

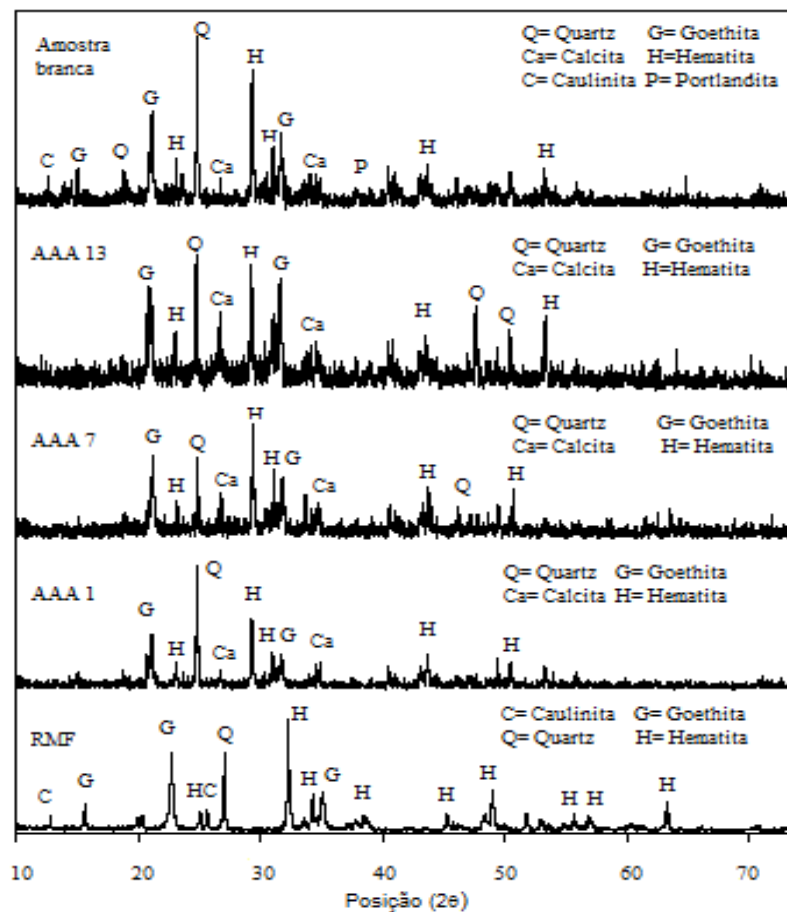
identificadas nas pastas. De acordo com Ruiz-Santaquiteria et al., (2012), fases cristalinas são pouco afetadas pelo ataque alcalino.

A amostra branca apresentou a fase Portlandita, o que se justifica a sua presença na cal de carbureto, uma vez que a amostra não possuía ativador. Já nas misturas do aglomerante produzido (AAA-1; AAA-7; AAA-13), esse mineral não foi identificado o que permite concluir que se dissolveu e reagiu para a formação de géis cimentantes. Tal fato pressupõe que ela pode ter sido consumida com os aluminossilicatos amorfos durante o processo das reações. (GARCÍA LODEIRO *et al.*, 2009).

Outro aspecto presente nos padrões de DRX do aglomerante álcali ativado (AAA-1; AAA-7; AAA-13), é um aumento de fases amorfas quando comparado ao padrão de DRX do rejeito de minério de ferro, o que mostra que o RMF agiu como precursor e reagiu para produção de géis cimentantes (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009).

Ademais, os mesmos minerais encontrados no RMF in natura, foram encontrados nas pastas álcali ativadas, não sendo observado a presença de outros minerais.

Figura 35: DRX das pastas álcali ativadas e RMF



4.3.2 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A análise de FTIR (Figura, 36) foi usada para identificar ligações presentes na pasta álcali- ativada, a fim de complementar a análise de DRX.

A Banda em torno de 960 cm^{-1} (no estudo do tratamento AAA 13 com maior % de cal em 959 cm^{-1}), é considerada padrão geopolímero, onde está relacionada a vibrações assimétricas de estiramento de Si- O no tetraedro de SiO_4 e que compõe a formação de gel C-A-S-H (PUERTAS *et al.*, 2011; LI *et al.* 2010). Verifica-se nos demais tratamentos que essa banda não é observada.

A banda em torno de 1600 cm^{-1} (nesse estudo em 1638 cm^{-1} , 1634 cm^{-1} e 1636 cm^{-1}) corresponde a vibração para deformação das ligações de moléculas de água do grupo H-O-H (FIGUEIREDO *et al.* 2021). A banda em torno de 3200 cm^{-1} (nesse estudo 3240 cm^{-1} , 3100 cm^{-1}), estão associadas a vibração de estiramento das ligações OH (ROBAYO *et al.* 2016).

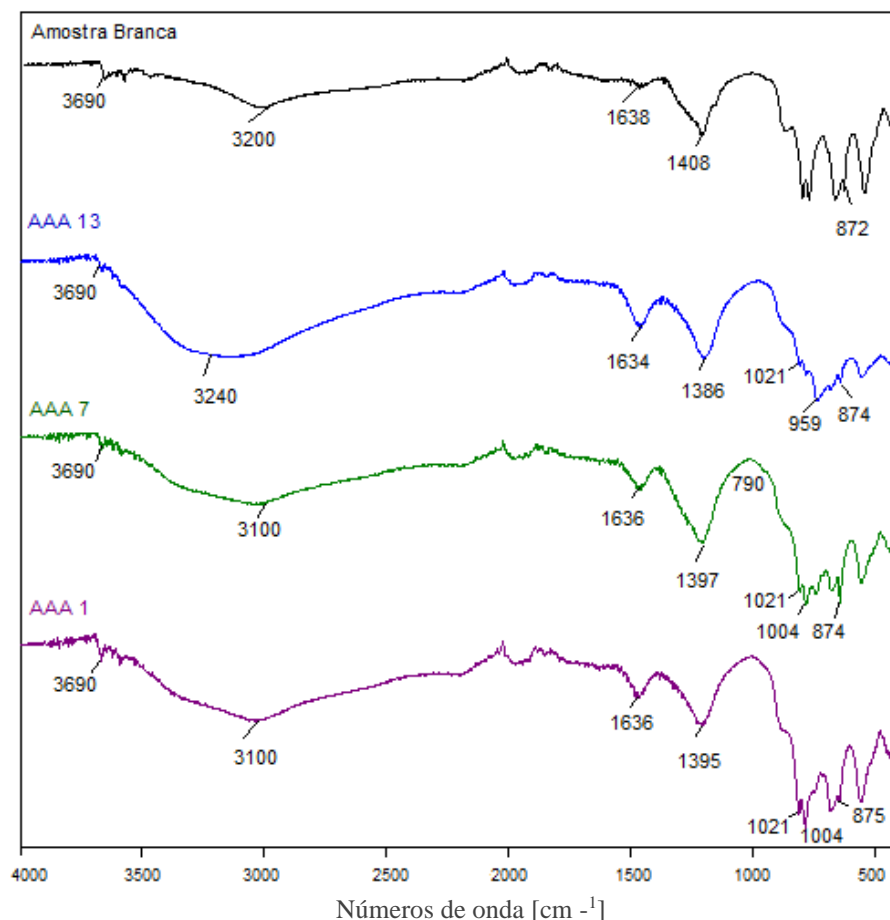
A banda em torno de 1400 cm^{-1} , (nesse estudo 1408 cm^{-1} , 1386 cm^{-1} , 1397 cm^{-1} , 1395 cm^{-1}) está associada a vibração de estiramento assimétrico da ligação C-O (ROBAYO *et al.* 2016).

A banda 3635 cm^{-1} é padrão de portlandita (PUERTAS *et al.*, 2011). No entanto, não é possível observar em nenhum dos tratamentos, o que corrobora com os dados do DRX.

Sinal em 1020 cm^{-1} (nesse estudo 1021 cm^{-1}), é padrão da banda de gel N-A-S-H (DE VARGAS *et al.*, 2014; GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2011;). Observa-se essa banda apenas nas amostras álcali- ativadas (1,7 e 13).

Em torno de 1428 cm^{-1} (nesse estudo, 1408 cm^{-1} , 1386 cm^{-1} , 1397 cm^{-1} , 1395 cm^{-1}) são atribuídas a presença de calcita (LI *et al.* 2010). Bandas em torno de 800 cm^{-1} (nesse estudo 872 cm^{-1} , 874 cm^{-1} , 875 cm^{-1}), ainda segundo o autor (LI *et al.* 2010), são bandas típicas atribuídas ao quartzo. Isso corrobora com os dados de Quartzo presentes na análise de DRX.

Figura 36: Espectros FTIR das pastas álcali ativadas e RMF in natura



4.3.3 Lixiviação de metais

A Tabela 14 apresenta os resultados da lixiviação, indicando ainda a comparação com os limites estabelecidos como padrão. As concentrações de metais nos extratos lixiviados foi avaliada para os tratamentos AAA1, AAA7 e AAA13 e foram comparadas com o RMF, pelas normas nacionais NBR 10004 (ABNT 2004a) e CONAMA 460 (CONAMA, 2013) e ainda pelas normas internacionais de qualidade da água Lista Holandesa e EPA (EPA, 2022).

A análise do lixiviado do tratamento AAA1, AAA7 e do RMF in natura, mostrou que nenhum dos elementos encontrados ultrapassou os limites da norma brasileira, conforme ANEXO F da NBR 10004 (ABNT, 2004), demonstrando que estes materiais não apresentam características de toxicidade por metais. Além do mais, as amostras também se enquadram dentro dos outros parâmetros das normativas referentes à qualidade da água (CONAMA 460, Lista Holandesa e EPA). Já para a amostra AAA13, o elemento Cr não atendeu aos requisitos da CONAMA 460, e o elemento Ba ultrapassou os limites da Lista Holandesa.

Tabela 14: Composição química dos extratos lixiviados AA1, AA7, AA13 e RMF (mg/L)

Elemento	Extrato lixiviado AAA1	Extrato lixiviado AAA7	Extrato lixiviado AAA13	RMF	NBR 1004 (Anexo F) limite 1	CONAMA 460 Limite 2	Lista holandesa limite 3	EPA Limite 4
Ag	*	*	*	*	5	0,05	-	-
Al	*	0,00814	*	0,0056	-	3,5	-	-
As	*	0,000007	*	*	1	0,01	0,01	0,01
Ba	*	0,00078	0,338	-	70	0,7	0,05	2
Cd	*	0,0003	*	*	0,5	0,005	0,0004	0,005
Cr	*	0,000001	0,2895	*	5	0,05	0,001	0,1
Cu	0,0001	*	*	*	-	2	0,015	1,3
Fe	*	0,0004	0,0032	0,34	-	2,45	-	-
Hg	*	*	*	*	0,1	0,001	0,0005	0,002
Mn	*	0,0003	*	-	-	0,4	-	-
Pb	*	*	*	*	1	0,01	0,015	0,015
Se	*	*	*	0,0088	1	0,01	-	0,05
Zn	*	*	*	0,0244	-	1,05	0,065	-

*Abaixo do limite de detecção; 1=Concentrações máximas de metais para característica de toxicidade; 2=Valores orientadores para água subterrânea; 3=Valores referenciais para água subterrânea; 4=Regulamentos nacionais de água potável.

Além disso, a análise do solubilizado para o RMF também se apresentou abaixo dos limites estabelecidos pela NBR 10004 (anexo G) e dentro dos parâmetros CONAMA 460 e Lista Holandesa. Porém, um dos elementos ultrapassou os limites de regulamento da qualidade de água da EPA, sendo ele o Ferro (Fe). A análise do solubilizado é exposta na Tabela 15.

No entanto, como visto anteriormente na análise dos extratos lixiviados, o Ferro (Fe) não ultrapassou os limites conferidos, o que indica que foi encapsulado nas matrizes cimentantes das amostras.

Tabela 15: Composição química do extrato solubilizado do RMF (mg/L)

Elemento	RMF extrato solubilizado	NBR 10004 (Anexo G) limite1	Conama 460 Limite 2	Lista Holandesa Limite 3	EPA Limite 4
Ag	*	0,05	0,05	-	-
Al	0,0276	0,2	3,50	-	-
As	*	0,01	0,01	0,01	-
Ba	*	0,7	0,70	0,05	2
Cd	*	0,005	0,005	0,004	0,005
Cr	*	0,05	0,05	0,001	-
Cu	*	2	2	0,015	1,3
Fe	0,007525	0,3	2,45	-	0,002
Hg	*	0,001	0,001	0,00005	-
Mn	-	0,1	0,4	-	-
Na	0,001805	200	-	-	0
Pb	*	0,01	0,01	0,015	0,05
Se	0,00088	0,01	0,01	-	-
Zn	*	5	1,05	0,065	-

*Abaixo do limite de detecção; 1=Concentrações máximas de metais para característica de toxicidade; 2=Valores orientadores para água subterrânea; 3=Valores referenciais para água subterrânea; 4=Regulamentos nacionais de água potável.

Como conclusão final para a análise ambiental, os resultados mostram que o RMF se enquadra como resíduo Classe IIA – não inerte e as amostras de aglomerantes produzidos nos

tratamentos AAA1, AAA7, AAA13 não apresentam toxicidade por meio dos ensaios de lixiviação e riscos para contaminação de água de consumo humano.

5 CONCLUSÃO

O presente estudo apresenta-se como contribuição para utilização de rejeito de minério de ferro avaliando sua viabilidade em sistemas álcali ativados, objetivando uma forma da reutilização/reciclagem desse resíduo. Além disso, a utilização do resíduo industrial da cal de carbureto em conjunto permitiu avaliar as propriedades do produto aglomerante formado.

Ao término do estudo, foi possível concluir:

- a) No estudo da dosagem do aglomerante pode se concluir que há influência da cal e do silicato (Na_2SiO_3) na resistência a compressão simples. Aos 7 dias de cura, a temperatura de 23°C , a concentração 20% de silicato (Na_2SiO_3) e 10% de cal na mistura, foi responsável pelo melhor resultado (0,27 MPa).
- b) Ao comparar os ensaios com e sem ativador alcalino (Na_2SiO_3), ficou evidente a influência na cimentação da mistura. Ao adicionar ativador alcalino na mistura houve o aumento de resistência a compressão simples, demonstrando que o rejeito pode ser utilizado como potencial precursor para o desenvolvimento de aglomerante álcali-ativado.
- c) Em relação a caracterização mineralógica de amostras com melhor comportamento mecânico foi possível identificar indícios de formação de géis NASH e gel CASH.
- d) As amostras de aglomerante não apresentaram toxicidade por metais e o comportamento na lixiviação atendeu a todos os limites de qualidade da água, com exceção para o aglomerante com 20% de cal de carbureto e 10% de silicato de sódio.
- e) Para atingir valores de resistência a compressão simples superiores a encontrada (0,27Mpa), o uso de um co-precursor seria viável afim de aumentar a quantidade de aluminossilicatos disponíveis para a álcali- ativação.

5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A fim de contribuir com o conhecimento referente a utilização de rejeito de ferro como precursor, o autor indica sugestões para desenvolvimento de futuras pesquisas.

- a) Avaliar a resistência a compressão simples para maiores tempos de cura, com a utilização de outros agentes cimentantes e de um co -precursor, além do uso de ativadores alcalinos não comerciais;
- b) Realizar análises de Microscopia Eletrônica de Varredura em amostras de aglomerante para verificação da morfologia dos géis cimentantes formados.
- c) Investigar diferentes relações líquido/sólido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. ABNT. **NBR 10004**: Resíduos sólidos- Classificação. Rio de Janeiro, 2004.

_____. **NBR 6508**: Grãos de solo que passam na peneira 4,8mm-determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2014.

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

_____. **NBR 6459**: Solo - Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 2017.

_____. **NBR 6457**: Amostras de solo – preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2020a. 9 p.

_____. **NBR 7180**: Solo — Determinação do limite de plasticidade. Rio de Janeiro, 2017.

_____. **NBR 7181**: Solo – Análise granulométrica. Rio de Janeiro, 2018.

_____. **NBR 7182**: Solo ensaio de compactação. Rio de Janeiro, 2016a. 9 p

_____. **NBR 10005**: Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos, Rio de Janeiro.

_____. **NBR 10006**: Procedimento para obtenção de extração solubilizada de resíduos sólidos. Rio de Janeiro.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (2018). **Sumário Mineral Brasileiro**: ferro. ANM. Brasília, 3 p.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (2023). **Descaracterização de barragens a montante**. ANM. Brasília, 25p.

AHMARI, S., Zhang, L., Zhang, J., 2012. **Effects of activator type/concentration and curing temperature on alkali-activated ligand based on copper mine tailings**. J.Mater.science. 47, 5933 e 5945.

AKINWUMI, I. I. et al. **Investigation of calcium carbide residue as a stabilizer for tropical sand used as pavement material**. WIT Transactions on The Built Environment, [s. l.], v. 182, p. 285 294, 2019.

ALAM, Q. et al. **Novel low temperature synthesis of sodium silicate and ordered mesoporous silica from incineration bottom ash**. Journal of Cleaner Production, v. 211, p. 874–883, 20 fev. 2019.

ALTAN, E.; ERDOGAN, S. T. **Alkali activation of a slag at ambient and elevated temperatures.** *Cement & Concrete Composites*, v. 34, p. 131-139, 2012.

ALVARENGA, Cristiane. **Síntese e caracterização de geopolímeros à base de metacaulim e micropartículas de vidro soda-cal.** 2018. 81f. Dissertação De Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Construção Civil da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte/ Minas Gerais. 2018.

ALVES, P.I.A (2019). **Empilhamento de rejeito filtrado: a expansão de uma alternativa para substituição de barragens.** Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral, Universidade Federal de Ouro Preto, Departamento de Engenharia de Minas. Ouro Preto.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D2487-00: Unified Soil Classification System.

_____. **ASTM** - American Society for Testing and Materials. **D1557-12e1**: Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Modified Effort (56,000 ft-lbf/ft³ (2,700 kN-m/ m³)). Pennsylvania, 2012.

_____. **ASTM** - American Society for Testing and Materials **C511**: Standard specification for mixing rooms, moist cabinets, moist rooms, and water storage tanks used in the testing of hydraulic cements and concretes. Pennsylvania, 2013.

_____. **ASTM** - American Society for Testing and Materials. **C39**: Standard test method for compressive strength of cylindrical concrete specimens. Pennsylvania, 2020.

ANDRADE, Luana Caetano Rocha. **Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, *in natura* e segregados, para aplicação como material de construção civil.** 2014. 112 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2014.

ANDRADE, Wellington Fernando. Beneficiamento de minério de ferro: A importância da caracterização tecnológica na definição de rota de processo. 2018. 45 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) – Curso de Engenharia de Minas, Faculdade Presidente Antônio Carlos, Conselheiro Lafaiete, 2018.

ARAÚJO, M. T.; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; CONSOLI, N. C. **Mechanical and Environmental Performance of Eggshell Lime for Expansive Soils Improvement.** *Transportation Geotechnics*, v. 31, 100681, 2021.

ARCANJO, Daniele Mendes. **Estudo da aplicação de aglomerante alcaliativado na estabilização de solos para pavimentações**. 2019. 180 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de PósGraduação em Engenharia Civil, Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, Salvador/ Bahia. 2019.

ARUDA, João Paulo. **Análise da influência do teor de ferro no potencial de liquefação de um rejeito de mineração**. 2019. 134f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) - programa de pós-graduação em geotecnia da Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2019.

AZEVEDO, André Luis. **Estabilização de solos com adição de cal. Um estudo a respeito da reversibilidade das reações que acontecem no solo após a adição de cal**. 2010. 178 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de PósGraduação em Engenharia Civil, Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, Salvador/ Bahia. 2010.

BARBOSA, I. O.; LACERDA, M. P. C.; BILICH, M. R. **Relações pedomorfogeológicas nas chapadas elevadas do Distrito Federal**. Revista Brasileira Ciência do Solo. v.33, n.5, p.1373 - 1383, 2009.

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

BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; KRIVENKO, P. V.; KAVALEROVA, E.; PALACIOS, M.; SHI, C. Binder Chemistry – High-Calcium Alkali-Activated Materials. *In*: PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J (eds.). **Alkali Activated Materials: State-of-the-Art Report**. Rilem, 2013. p. 59-91.

BEZERRA, A. C. S.; FRANÇA, S.; MAGALHÃES, L. F.; CARVALHO, M. C. R. **Alkaline activation of high-calcium ash and iron ore tailings and their recycling potential in building materials**. Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 19, n. 3, p. 99-112, 2019.

BITTENCOURT, S.; PITROWSKY, I. **O Papel da Mineração na Agenda 2030. FFA Legal & Support for Mining Companies**, Rio de Janeiro, 2021. Disponível em: <https://www.ffalegal.com.br/post-1/o-papel-da-minera%C3%A7%C3%A3o-na-agenda-2030>. Acesso em: 18 jun. 2022.

BORGES, P. H. R. et al. **Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento Portland composto (CP II)**. Ambiente Construído, v. 14, n. 2, p. 153–168, 2014. DOI: 10.1590/S1678-86212014000200011.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. **Sumário Mineral 2015**. Brasília: DNPM, 2016. 135 p.

BRASIL. Ministério de Minas e Energia. **Boletim do Setor Mineral 2020 [abril]**. 3. ed. Brasília: CGM, 2020. 32 p.

BRUSCHI, Giovani Jordi. **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. 185 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2020.

BURDEN, Ralph; WILSON, G. **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>.

CALADO, V.; MONTGOMERY, D. **Planejamento de Experimentos usando o Statistica.** Rio de Janeiro: e-papers, 2003. 261 p.

CARMIGNANO R. OTTÁVIO; SARA S. VIEIRA, ANA PAULA C. TEIXEIRA, B FERNANDO S. LAMEIRAS, D PAULO ROBERTO G. BRANDÃOE AND ROCHEL M. LAGO. **Iron Ore Tailings: Characterization and Applications.** V.32, 1895-1911. 2021. <https://dx.doi.org/10.21577/0103-5053.20210100>.

CARMIGNANO, O. R. et al. **Iron Ore Mailings: Characterization and Applications.** *Journal off the Brazilian Chemical Society*, v. 32, p. 1895-1911, 2021.

CARNEIRO, Andressa de Araujo. **Comportamento mecânico de um rejeito de minério de ferro estabilizado com polímero e do compósito rejeito-polímero reforçado com fibras de polipropileno.**2020. 164f. Tese de doutorado submetida ao departamento de engenharia civil da universidade de Brasília, Brasília, 2020.

CARNEIRO, A; Casagrande, M. **Mechanical and environmental performance of polymer stabilized iron ore tailings.** *Soils and Rocks*, v. 43, p. 2675-5475, 2020.

CARVALHO, Géssica Borges. **Incidências de impactos decorrentes de acidentes com barragens de rejeito.** 2018. 225 f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) – Programa de Pós-Graduação em Geotecnia, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

CARVALHO, P. S. L. de; Silva, M. M. de; Rocio, M. A. R.; Moszkowicz, J. **Minério de Ferro.** *BNDES Setorial* 39 2014, 197–234.

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 Materials Civil Engineering*, v. 31, n. 2, 06018023, 2019.

CONSOLI, N. C.; SAMANIEGO, R. A. Q.; VILLALBA, N. M. K. **Durability, Strength, and Stiffness of Dispersive Clay Lime Blends.** *Journal of Materials in Civil Engineering*, [s. l.], v. 28, n. 11, p. 04016124, 2016.

CONSOLI et al. **Behaviour of Compacted Filtered Iron Ore Tailings–Portland Cement Blends: New Brazilian Trend for Tailings Disposal by Stacking**, *Applied Sciences*, v. 12, p.836, jan.2022

CRISTELO, N.; RIVERA, J.; MIRANDA, T.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. **Stabilisation of a Plastic Soil with Alkali Activated Cements Developed from Industrial Wastes**. *Sustainability*, v. 13, 4501, 2021.

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

DAVIDOVITS, J. **Method for obtaining a geopolymeric binder allowing to stabilize, solidify and consolidate toxic or waste materials**. US-5539140-A, Depósito: 4 Sept. 1990, Concessão: 23 July 1996. Disponível em: <https://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect1=PTO1&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PTO/srchnum.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&s1=5539140.PN>. Acesso em: 18 jun. 2022.

DAVIDOVITS, J. Por que os materiais álcali-ativados NÃO são geopolímeros? **GEO-POL Geopolymer System**, 2014. Disponível em: http://www.geopolymer.com.br/pdf/why_alkali_activated_materials.pdf. Acesso em: 18 jun. 2022.

DEFÁVERI, K. C., SANTOS, L. F., CARVALHO, J. M., PEIXOTO, R. A., & BRIGOLINI, G (Junho de 2019). **Iron Ore Tailing-Based Geopolymer Containing Glass Wool Residue: A Study Of Mechanical And Microstructural Properties**. *Construction and Building Materials*.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL (DNPM). Ministério de Minas e Energia. **Manual de Fiscalização – Assunto: Barragens de Mineração**. Brasília: DNMP, 2014.

DE VARGAS, A. S. et al. **Strength development of alkali-activated fly ash produced with combined NaOH and Ca(OH)₂ activators**. *Cement and Concrete Composites*, v. 53, p. 341–349, 1 out. 2014.

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

ELÓI, Fernanda Pereira da Fonseca. **Ativação Alcalina do Rejeito de Barragem de Minério de Ferro com Adição de Sílica Ativa**. 2019. 68f. Dissertação (Mestrado)- Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Ouro Preto, Minas Gerais, 2020.

FALAH, M., Obenaus-Emler, R., Kinnunen, P. *et al*. **Effects of Activator Properties and Curing Conditions on Alkali-Activation of Low-Alumina Mine Tailings**. *Waste Biomass Valor* **11**, 5027–5039 (2020). <https://doi.org/10.1007/s12649-019-00781-z>.

FAOSTAT (Food and Agriculture Organization Statistical Database), 2020. **Principais países produtores de ovos do mundo em 2018.** métodos Stand. Ovo Prod. URL <https://www.statista.com/statistics/263971/top-10-countries-worldwide-in-eggproduction>.

FARENZA, Helena Portela. **Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante alcaliativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo.** 2023. 162f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2023.

FARIA, Andréia da Conceição. **Tijolo prensado produzido com rejeito de barragem de minério de ferro.** 2023. 80f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2023.

FERREIRA, F. A.; DESIR, J. M.; DE LIMA, G. E. S.; PEDROTI, L. G.; DE CARVALHO, J. M. F.; LOTERO, A.; CONSOLI, N. C. **Evaluation of mechanical and microstructural properties of eggshell lime/rice husk ash alkali-activated cement.** Construction and Building Materials, v. 364, p. 129931, 2023.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; CRISTELO, N.; MIRANDA, T.; PALOMO, Á. **Sustainable alkali activated materials: precursor and activator derived from industrial wastes.** Journal of Cleaner Production, v. 162, p. 1200-1209, 2017.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; LÓPEZ-HOMBRADOS, C. **Engineering properties of alkali-activated fly ash.** ACI Materials Journal, v. 103, n. 2, p. 106-112, 2006.

FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PUERTAS, F.; FERNÁNDEZ-CARRASCO, L. **Procesos de activación alcalino – sulfáticos de una escoria española de alto horno.** Materiales de Construcción, v. 46, n. 241, p. 23-37, 1996.

FIGUEIREDO, R. A. M. et al. **Mechanical and chemical analysis of one-part geopolymers synthesised with iron ore tailings from Brazil.** Journal of Materials Research and Technology, v. 14, p. 2650–2657, 1 set. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.153>.

FILHO, Hugo carlos. **Estabilização de um solo dispersivo com pó de vidro moído e cal de carbureto.** 2019. 97f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.

FOLETTTO et al. **Conversion of rice hull ash into soluble sodium silicate.** Materials Research, v.9, p. 335-338, 2006. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392006000300014>

FONSECA, H. G. DE Á.; ALEXANDRINO, J. S.; FERREIRA, T. E. D (2019). **Metodologias de disposição de rejeitos de minério de ferro para substituir as barragens de rejeito.** In Profiscientia: Período multidisciplinar do IFMT- Campus Cuiabá, n.12, 201

FRACARO, Taciane Pedrotti. **Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro submetido a ativação alcalina pelo método “two parts”.** 2022. 179 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2022.

GARCÍA LODEIRO, I. et al. **Effect of alkalis on fresh C–S–H gels. FTIR analysis.** *Cement and Concrete Research*, v. 39, n. 3, p. 147–153, 1 mar. 2009.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. **Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes**, p. 19–47, 1 jan. 2015. <https://doi.org/10.1533/9781782422884.1.19>.

GERALDO, R. **Aglomerante álcali-ativado de parte única: obtenção, composição, propriedades e durabilidade.** 2020. 199 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo da Unicamp, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2020.

GLUKHOVSKY VD, ROSTOVSKAJA GS, RUMYNA GV. **Cimentos alcalinos de escória de alta resistência.** In: *Anais do VII Congresso Internacional de Química do Cimento*, vol. 3; 1980. pág. 164-8.

GLUKHOVSKY, V. Ancient, modern and future concretes, *First Inter. Conf. Alkaline Cements and Concretes*, Kiev, Ukraine, 1, 1–8, 1994

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*, v. 120, n. 15, p. 28-36, 2017.

GOMES, Marcos Antônio. **Caracterização tecnológica no aproveitamento do rejeito de minério de ferro.** 2009. 89 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009.

GORE, M. S. et al. **Geotechnical Characterization of Compacted Bauxite Residue for Use in Levees.** In: *GEO-CHICAGO 2016*, Reston, VA. *Anais...* Reston, VA: American Society of Civil Engineers, 2016.

GRANIZO, Salve ML. **Ativação alcalina do metacaulim: desenvolvimento de novos materiais cimentícios.** Tese de doutorado, Universidade Autônoma de Madri, 1998.

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

HABERT, G.; D’ESPINOSE DE LACAILLERIE, J. B.; ROUSSEL, N. **An environmental evaluation of geopolymer based concrete production: reviewing current research trends.** *Journal of Cleaner Production*, v. 19, p. 1229–1238, 2011. DOI: 10.1016/j.jclepro.2011.03.012

HARDJITO, B.; RANGAN, B. V. **Development and properties of low-calcium fly ash-based geopolymer concrete.** Research Report GC1. Faculty of Engineering, Curtin University of Technology. Perth, Australia, p. 103. 2005.

HU, Y., Liang, S., Yang, J., Chen, Y., Ye, N., Ke, Y., Xiao, B (2018). **Role of Fe species in geopolymer synthesized from 84lcali-thermal pretreated Fe-rich Bayer red mud.** Construction and Building Materials.

ILIĆ, B. R.; MITROVIĆ, A. A.; MILIČIĆ, L. R. **Thermal treatment of kaolin clay to obtain metakaolin.** *Hemijaska industrija*, v. 64, p. 351–356, 2010. DOI: 10.2298/HEMIND100322014I.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). **Gestão e Manejo de Rejeitos da Mineração.** 1. ed. Brasília: IBRAM, 2016. 128 p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). **Informações sobre a economia mineral brasileira 2020** – Ano base 2019. 1. ed. Brasília: IBRAM, 2020. 80 p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). **Produção mineral. 1 Trimestre 2022** – Ano base 2022. 1. ed. Brasília: IBRAM, 2022. 41 p.

JASKULSKI, Fernanda Maria. **Análise do Comportamento Mecânico de Rejeito de Minério de Ferro Submetido a Ativação Alcalina pelo Método “One-Part”.** 2022. 144f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2022.

JESUS, C. A. G.; JOAQUIM, L. G. Ferro. In: BRASIL. **Agência Nacional de Mineração. Sumário Mineral 2017.** Brasília: ANM, 2019. p. 111-113.

JONES, H., BOGER, D. V. **Sustainability and waste management in the resource industries.** *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 51, p. 10057-10065, 2012.

KASAP, Tugrul. **Physicochemical and microstructural characteristics of cemented paste backfill: effects of dam and process tailings.** 2022.123 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Instituto de Pós Graduação de Engenharia Civil da Universidade Recep Tayyip Erdogan, Túrquia.2022.

KOSSOFF, D., Dubbin, WE, Alfredsson, M., Edwards, SJ, Macklin, MG, Hudson Edwards, KA, 2014. **Mining tailings dams: characteristics, rupture, environmental impacts and remediation.** *Appl. Geochem.* 51, 229e245

KAZE, R., MOUNGAM, L., CANNIO, M., ROSA, R., KAMSEU, E., MELO, U., & LEONELLI, C (2018). Microstructure and engineering properties of Fe₂O₃(FeO)-Al₂O₃-SiO₂ based geopolymer composites. *Journal of Cleaner Production*.

KESIMAL, A., E. Yilmaz, B. Ercikdi, I. Alp, and H. Deveci. 2005. “**Effect of properties of tailings and binder on the short-and long-term strength and stability of cemented paste backfill.**” *Mater. Lett.* 59 (28): 3703–3709. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.06.042>.

KIVENTERÄ, J.; PERUMAL, P.; YLINIEMI, J.; ILLIKAINEN, M. Mine tailings as a raw material in alkali activation: A review. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 27, n. 8, p. 1009-1020, 2020.

KOOHESTANI, B. et al. **Geopolymerization mechanism of binder-free mine tailings by sodium silicate**. *Construction and Building Materials*, v. 268, p. 121217, 25 jan. 2021.

KRAMAR, U. **Advances in energy-dispersive X-ray fluorescence**. *Journal of Geochemical Exploration*, v. 58, p. 73-80, 1997.

KRIVENKO, P. **Why Alkaline Activation – 60 Years of the Theory and Practice of Alkali-Activated Materials**. *Journal of Ceramic Science Technology*, v. 8, n. 3, p. 323-334, 2017.

KUMAR, R.; KUMAR, S.; MEHROTRA, S. P. **Towards sustainable solutions for fly ash through mechanical activation**. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 52, n. 2, p. 157-179, 2007.

LACAZ, F. A. C.; PORTO, M. F. S.; PINHEIRO, T. M. M. **Tragédias brasileiras contemporâneas: o caso do rompimento da barragem de rejeitos de Fundão/Samarco**. *Revista Brasileira de Saúde Ocupacional*, v. 42, e. 9, 2017.

LAMBE, T. W.; WHITMAN, R. V. **Soil Mechanics**. SI Version ed. New York, United States: John Wiley & Sons, Inc., 1979.

LAROS, J. A.; MARCIANO, J. L. **Análise multinível aplicada aos dados do NELS:88. Estudos em Avaliação Educacional**, São Paulo, v. 19, n. 40, p. 263-278, maio/ago. 2008.

LIMA, Bruna Martins. **Estabilização alcalina de um solo granular com resíduo de telha esmaltada e cal de carbureto ativados com silicato e hidróxido de sódio**. 2022.136 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2022.

LI, W.; YI, Y. **Use of carbide slag from acetylene industry for activation of ground granulated blast-furnace slag**. *Construction and Building Materials*, [s. l.], v. 238, p. 117713, 2020.

LI, M.; Huang, G.; Cui, Y.; Wang, B.; Zhang, S.; Wang, Q.; Feng, J. **Improvement of Mechanical Properties and Condensation Behavior for Alkali-Activated Materials by Sodium Silicate**. *Crystals* 2022, 12, 1018. <https://doi.org/10.3390/cryst12081018>.

LIN, J; Zhang Yong; Yang Zhengxian. **A Review of Recent Advances in Alkali-activated Materials from Silica-rich Wastes Derived Sodium Silicate Activators**, *Journal of Advanced Concrete Technology*, 2023, Volume 21, Issue 3, Pages 189-203, Released on J-STAGE March 24, 2023, Online ISSN 1347-3913, <https://doi.org/10.3151/jact.21.189>.

LI, C. et al. **Innovative methodology for comprehensive utilization of iron ore tailings: Part 2: The residues after iron recovery from iron ore tailings to prepare cementitious material**. *Journal of Hazardous Materials*, v. 174, n. 1–3, p. 78–83, 15 fev. 2010.

LUUKKONEN, T. et al. **Influence of sodium silicate powder silica modulus for mechanical and chemical properties of dry-mix alkali-activated slag mortar**. *Construction and Building Materials*, v. 233, p. 117354, 10 fev. 2020.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. Introdução ao Tratamento de Minérios. *In: LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de Minérios*. 5. ed. Rio de Janeiro: Cetem, 2010. p. 3-20.

MAFESSOLI, M. **Comportamento mecânico de um rejeito de minério de ferro estabilizado com cimento Portland**. 2022.180f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2022.

MANGAT, P.; LAMBERT, P. **Sustainability of alkali-activated cementitious materials and geopolymers**. *In: KHATIB, J. M. Sustainability of Construction Materials*. United Kingdom: Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, 2016. p. 459-476.

MAJIDI, B. **Geopolymer technology, from fundamentals to advanced applications: a review**. *Materials Technology*, v. 24, n. 2, p. 79-87, 2009.

MARÍN, E. J. B. **Estudo de campo e laboratório do comportamento mecânico de um solo sulfatado estabilizado com cal**. 2017. Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, 2017.

MARUTHUPANDIAN, S.; CHALIASOU, A.; KANELLOPOULOS, A. **Recycling mine tailings as precursors for cementitious binders – Methods, challenges and future outlook**. *Construction and Building Materials*, v. 312, p. 125333, 20 dez. 2021.

MARVILA, M. T.; AZEVEDO, A. R. G.; VIEIRA, C. M. F. **Reaction mechanisms of alkali-activated materials**. *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, v. 14, n. 13, p. 1-26, 2021.

MESQUITA, P. P. D.; CARVALHO, P. S. L. de; OGANDO, L. D. **Desenvolvimento e inovação em mineração e metais**. BNDES Setorial, Rio de Janeiro, n.43, p. [325] -361, mar. 2016.

GRUPO VISION (2021). Beneficiamento de Minério de Ferro. Disponível em: . Acesso em 05 mai 2022.

MILLER, S. A., CUNNINGHAM, P. R. & HARVEY, J. T. **Rice-based ash in concrete: A review of past work and potential environmental sustainability**. *Resour. Conserv. Recycl.* 146, 416–430. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.03.041> (2019)

MINAS GERAIS. **Lei nº 23.291**, de 25 de fevereiro de 2019, que institui a Política Estadual de Segurança de Barragens. Disponível em: <<http://www.leisestaduais.com.br/mg/leiordinaria-n-23291-2019-minas-gerais-institui-a-politica-estadual-de-seguranca-de-barragens>>. Acesso em: 29 out. de 2022.

MONCALEANO ACOSTA, C.J. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de vidro e cal de casca de ovo** - 2021. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, UFRGS, Porto Alegre.

MONTGOMERY, D. C. **Experrimenta Design**. [s.l: s.n.]. v. 106

MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 8. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2012.

MOSABERPANAH, M. A. & UMAR, S. A. **Utilizing rice husk ash as supplement to cementitious materials on performance of ultra high performance concrete—a review**. Mater. Today Sustain. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2019.100030> (2020).

MD MANJUR A. ELAHI, MD. MARUF HOSSAIN, MD REZAUL KARIM, MUHAMMAD FAUZI MOHD ZAIN, CHRISTOPHER SHEARER, **A review on alkali-activated binders: Materials composition and fresh properties of concrete**, Construction and Building Materials, Volume 260, 2020, 119788, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119788>.

M. MASTALI, P. KINNUNEN, A. DALVAND, R. MOHAMMADI FIROUZ, M. ILLIKAINEN, **DRYING. shrinkage in alkali-activated binders – A critical review**, Construction and Building Materials, Volume 190, 2018, Pages 533-550, ISSN 0950-0618, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.125>.

NIERWINSKI, Helena Paula. **Caracterização e comportamento geomecânico de rejeitos de mineração**. 2019. 231 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Porto Alegre, Porto Alegre, 2019.

OBENAU-EMLER, R.; ILLIKAINEN, M. **Assessment of mine tailings as precursors for alkali-activated materials for on-site applications**. Construction and Building Materials, v. 246, 118470, 2020.

OLIVEIRA, Tales Moreira. **Caracterização de misturas de rejeitos de minério de ferro melhoradas com adição de cimento com vistas à aplicação em estradas e aterros**. 2013. 88 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2013.

PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J.; JALALI, S. **Alkali-activated binders: A review Part 1. Historical background, terminology, reaction mechanisms and hydration products**. Construction and Building Materials, v. 22, p. 1305–1314, 2008.

PACHECO-TORGAL, F.; LABRINCHA, J. A. **The future of construction materials research and the seventh un Millennium Development Goal: A few insights**. Construction and Building Materials, v. 40, p. 729–737, 2013.

PADILLA-ENCINAS, A, P.. PALOMO, M.T. BLANCO-VARELA, A. FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ. 2020. **Calcium sulfoaluminate clinker hydration at different alkali concentrations**. Cement and Concrete Research. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2020.106251>

- PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. **Alkali-activated fly ashes A cement for the future**. Cement and Concrete Research, v. 29, p. 1323–1329, 1999.
- PALOMO, A.; KRIVENKO, P.; GARCIA-LODEIRO, I.; KAVALEROVA, E.; MALTSEVA, O.; FERNÁNDEZ-JIMENÉZ, A. **A review on alkaline activation: new analytical perspectives**. Materiales de Construcción, v. 64, n. 315, e022, 2014.
- PAULA JUNIOR, W. R.; OLIVEIRA, C. A. S. **Avaliação da utilização do rejeito de minério de ferro na formulação de argamassas**. Research, Society and Development, v. 11, n. 4, e. 0211425954, p. 1-25, 2022.
- PATACA, L. C. M., BORTOLETO, G. G., BUENO, M. I. M. S. **Determinação de arsênio em águas contaminadas usando fluorescência de raios X por energia dispersiva**. Quimica Nova, vol. 28, p. 579-582, 2005.
- PELISSER, Giovana. **Estabilização de resíduo de areia descartada de fundição com agente cimentante a base de cinza-cal**. 2022. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Ambiental) - Programa de Pós- Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental, Universidade da fronteira Sul, Campus Erechim, RS. 2022.
- PEREIRA, L. F.; CRUZ, G. B.; GUIMARÃES, R. M. F. **Impactos do rompimento da barragem de rejeitos de Brumadinho, Brasil: uma análise baseada nas mudanças de cobertura da terra**. Journal of Environmental Analysis and Progress, v. 4, n. 2, p. 122-129, 2019.
- PINTO, E. C., 2013, “**A dinâmica dos recursos naturais no Mercosul na década de 2000: “efeito China”, estrutura produtiva, comércio e investimento estrangeiro**”. In: Red Mecosus de Investigaciones Ecoômicas, La explotación de recursos naturales em América Latina y sus impactos sobre el desarrollo, 5/2013, IE- UFRJ.
- POULESQUEN, A.; FRIZON, F.; LAMBERTIN, D. **Rheological behavior of alkali-activated metakaolin during geopolymerization**. Journal of Non-Crystalline Solids, v. 357, p. 3565– 3571, 2011. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2011.07.013.
- PROVIS, John L.. **Geopolymers and other alkali activated materials: why, how, and what?**. Materials And Structures, [s.l.], v. 47, n. 1-2, p.11-25, Springer Nature. 5 nov. 2013.
- PROVIS, JOHN L.. **Alkali-activated materials**. Cement And Concrete Research, [s.l.], Elsevier BV. p.1-9, mar. 2017.
- PROVIS, J. L.; BERNAL, S. A. **Geopolymers and Related Alkali-Activated Materials**. Materials Research, v. 44, n. 3, p. 3.1-3.29, 2014.
- PROVIS, J. L. **Alkali-activated materials**. Cement and Concrete Research, v. 114, p. 40-48, 2018.

PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. *Geopolymers: Structure, processing, properties and industrial applications*. United Kingdom: Woodhead Publishing, 2009. 461 p.

PUERTAS, F.; PALACIOS, M.; MANZANO, H.; DOLADO, J. S.; RICO, A.; RODRÍGUEZ, J. **A model for the C-A-S-H gel formed in alkali-activated slag cements**. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 31, p. 2043–2056, 2011.

QUARESMA, L.F. **Balanço mineral brasileiro**, 2001.p. 692, 2001.

REDDY, N. G.; RAO, B. H. **Evaluation of the Compaction Characteristics of Untreated and Treated Red Mud**. In: *GEO-CHICAGO 2016*, Reston, VA. Anais... Reston, VA: American Society of Civil Engineers, 2016. Disponível em:

REIG, Lucia et al. **Influence of calcium additions on the compressive strength and microstructure of alkali-activated ceramic sanitary-ware**. V.101. p. 3094-3104, July 2018. <https://doi.org/10.1111/jace.15436>

REIS, J.B., Pelisser, G., Levandoski, W.M.K. *et al.* **Experimental investigation of binder based on rice husk ash and eggshell lime on soil stabilization under acidic attack**. *Sci Rep* 12, 7542 (2022). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-11529-6>.

RESPONSIBLE MINING FOUNDATION (RMF). **Mineração e os ODS: uma atualização do estado das coisas em 2020**. Omdat Ontwerp (Países Baixos): RMF, 2020. 46 p. Disponível em: https://www.responsibleminingfoundation.org/app/uploads/RMF_CCSI_Mining_and_SDGs_PT_Sept2020.pdf. Acesso em: 18 jun. 2022.

ROBAYO, R. A. et al. **Alternative cements based on alkali-activated red clay brick waste**. *Construction and Building Materials*, v. 128, p. 163–169, 15 dez. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.10.023>

ROGERS, et al. **Lime modification of clay soils for construction expediency**. *Geotechnical Engineering*. V 125. P.242-249. Out. 1997. <https://doi.org/10.1680/igeng.1997.29660>

RUIZ-SANTAQUITERIA, C. et al. **Alkaline solution/binder ratio as a determining factor in the alkaline activation of aluminosilicates**. *Cement and Concrete Research*, v. 42, n. 9, p. 1242–1251, 1 set. 2012.

SALDANHA, R. B.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; MALLMANN, J. E. C.; CONSOLI, N. C.; REDDY, K. R. **Physical–Mineralogical–Chemical Characterization of Carbide Lime: An Environment-Friendly Chemical Additive for Soil Stabilization**. *Journal Materials Civil Engineering*, v. 30, n. 6, 06018004, 2018.

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

SALDANHA, R. B. **Misturas cinza volante e cal de carbureto: comportamento da resistência à compressão simples para cura acelerada**. 2014. 170 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia na área de Meio Ambiente) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

SANTOS, Carolina Pereira. **Estabilização de um rejeito de mineração de ouro por meio da álcali-ativação de cal de carbureto e cinza do bagaço de cana-de-açúcar**. 2021. 163 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2021.

SANTOS, R. C. V. **Contribuição do setor mineral no produto interno bruto brasileiro**. Radar, v. 65, p. 33-36, 2021.

STATISTICA. **Iron ore reserves in the world in 2022**, by country [Internet], 2022. Disponível em: < <https://www.statista.com/statistics/1353335/global-annual-tailings-production-from-iron-ore-mining/>>. Acesso em 10 de outubro de 2022.

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

SHAHBANDEH, M. **Principais países produtores de ovos do mundo em 2018**. Alemanha: FAOSTAT, 2020. Disponível em: <https://www.statista.com/statistics/263971/top-10-countries-worldwide-in-eggproduction>. Acesso em: 18 jun. 2022.

SHAH, N.; SANDHU, H.; CHOI, D. S.; CHOKSHI, H.; MALICK, A. W. **Amorphous Solid Dispersions: Theory and Practice**. New York: Springer, 2014

SILVANI, C. **Influência da Temperatura de Cura no Comportamento Mecânico de Misturas Areia-Cinza Volante-Cal**. 2013. Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, [s. l.], 2013.

SILVA, J.P.S.; MENDES, M.B.; MILONAS, J.G.; PIRETE, W. **Geotechnical parameters of iron ore tailings from the Quadrilátero Ferrífero after different treatments and ore processing**. Paste 2013. Belo Horizonte, Brasil., 2013.

SOARES, L (2010). **Barragem de rejeitos**. In: Luz, A.U.; Sampaio J. A.; França, S. C. A (Orgs). Tratamento de Minérios (5ª ed., Cap. 19, pp. 831-888). Rio de Janeiro, Brasil: Cetem, 867p.

SUKMAK, P; HORPIBULSUK, S.; SHEN, S. L. **Strength development in clay–fly ash geopolymer**. Construction and Building Materials, v. 40, p.566–574, 2013.

STELA, L. H. P.; DUARTE, J. C.; PEREIRA, C. O. **Métodos de disposição dos rejeitos de minério de ferro alternativos ao método de barragens: uma revisão**. Revista Brasileira de Processos Químicos, Campinas/SP, v. 1, n. 1, p. 1-58, 2020.

TAKEHARA, L. **Caracterização Geometalúrgica dos Principais Minérios de Ferro Brasileiros** – Fração Sinter Feed. 2004. 403 f. Tese (Doutorado em Geociências) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2004.

TEMITOPE D. TIMOTHY OYEDOTUN (2018). **X-ray fluorescence (XRF) in the investigation of the composition of earth materials: a review and an overview**, *Geology, Ecology, and Landscapes*, 2:2, 148-154, DOI: 10.1080/24749508.2018.1452459.

TEMUJIN, J.; VAN RIESSEN, A.; WILLIAMS, R. **Influence of calcium compounds on the mechanical properties of fly ash geopolymer pastes**. *Journal of Hazardous Materials*, v. 167, n. 1–3, p. 82–88, 15 ago. 2009.

THOMÉ, R.; RIBEIRO, L. G. G. **A descaracterização de barragens de rejeito e o plano de fechamento de mina como instrumentos de mitigação de riscos na mineração**. *Veredas do Direito*, Belo Horizonte, v. 16, n. 35, p. 63-85, maio/ago. 2019. Disponível em: <<http://revista.domhelder.edu.br/index.php/veredas/article/view/1567>>. Acesso em: 05 jun. 2023.

TORGAL, F. P., LABRINCHA, J., C, L., PALOMO, A., & CHINDAPRASIRT, P (2015). **Handbook of Alkali Activated Cements, Mortars and Concretes**. Elsevier.

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

US EPA - United States Environmental Protection Agency (2022) **Ground water and drinking water: national primary drinking water regulations**. <https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulations>, (accessed 02 jun 2022)

U. S. GEOLOGICAL SURVEY. **Mineral commodity summaries**. 2022. Disponível em:<<https://www.usgs.gov/publications/mineral-commodity-summaries-2022>>. Acesso em 05 de novembro de 2022.

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. Springer, 2010. p. 145–155.

VICK, S.G. **Planning, Design and Analysis of Tailings Dams**. John Wiley & Sons, Inc., 369 p, 1983.

VIDAL, L., Gharzouni, A., Rossignol, S (2018). **Soluções de silicato alcalino: uma visão geral de sua estrutura, reatividade e aplicações**. Em: Klein, L., Aparicio, M., Jitianu, A (eds) *Handbook of Sol-Gel Science and Technology*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-32101-1_88.

VERGARA, Julieta Echeverri. **Aplicabilidade dos rejeitos de mineração de ferro para utilização em filtros de barragens**. 2012. 129 f. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) – Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília, 2012.

VOGT, J. C.; Lameiras, F. S. **Processo de Obtenção de Silicato de Sódio Em Pó a Partir de Rejeito Arenoso Oriundo Do Processo de Concentração de Minério de Ferro**. 2019.

VROM (Spatial Planning and the Environment) (2000). **Dutch target and intervention values**. Ministerie van Volksuisveting Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer. https://www.esdat.net/environmental%20standards/dutch/annexs_i2000dutch%20environmental%20standards.pdf, (accessed 08 July 2022).

XIAOLONG, Z. et al. **Disposal of mine tailings via geopolymerization**. Journal of Cleaner Production, v. 284, p. 124756, 15 fev. 2021.

ZAMAN, T.; MOSTARI, S.; AL MAHMOOD, A.; RAHMAN, S. **Evolution and characterization of eggshell as a potential candidate of raw material**. Cerâmica, v. 64, n. 236-241, 2018.

ZHANG, Z. et al. **Effect of drying procedures on pore structure and phase evolution of alkaliactivated cements**. Cement and Concrete Composites, v. 96, p. 194–203, 2019. DOI: 10.1016/j.cemconcomp.2018.12.003

WAHEED, M.; BUTT, M. S.; SHEHZAD, A.; ADZAHAN, N. M.; SHABBIR, M. A.; SULERIA, H. A. R.; AADIL, R. M. **Eggshell calcium: A cheap alternative to expensive supplements**. Trends in Food Science & Technology, v. 91, p. 219-230, 2019.

WALKER, R., & PAVÍA, S (2010). **Physical properties and reactivity of pozzolans, and their influence on the properties of lime–pozzolan pastes**. Materials and Structures.

WOLFF, Ana Paula. **Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale**. 2009. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2009.



UPF

UNIVERSIDADE
DE PASSO FUNDO

UPF Campus I - BR 285, São José
Passo Fundo - RS - CEP: 99052-900
(54) 3316 7000 - www.upf.br