



CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO (IOT) E  
AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NO COMPORTAMENTO FÍSICO-QUÍMICO  
E MECÂNICO DE PASTAS DE CIMENTO

Carolina Goulart Bezerra

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Camila Aparecida Abelha Rocha

Rio de Janeiro  
Setembro de 2017

CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO (IOT) E  
AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NO COMPORTAMENTO FÍSICO-QUÍMICO  
E MECÂNICO DE PASTAS DE CIMENTO

Carolina Goulart Bezerra

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA  
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE  
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA CIVIL.

Examinada por:

---

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

---

Prof. Camila Aparecida Abelha Rocha, D.Sc.

---

Dra<sup>a</sup>. Silvia Cristina Alves França, D.Sc.

---

Prof. Jo Dweck, PhD.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL  
SETEMBRO DE 2017

Bezerra, Carolina Goulart

Caracterização do rejeito de minério de ferro (IOT) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento/ Carolina Goulart Bezerra. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

XVII, 140 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Camila Aparecida Abelha Rocha

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Civil, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 127-140.

1. Rejeito de minério de ferro 2. Pastas de cimento 3. Propriedades físicas e mecânicas 4. Resíduos I. Toledo Filho, Romildo Dias. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Civil. III. Título.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela oportunidade que me concedeu de estar aqui, sempre abençoando minhas escolhas e me protegendo. A Nossa Senhora Aparecida, pela força e sabedoria na trajetória até aqui.

Agradeço a minha mãe Cristina, pelo apoio desde o começo desta caminhada, pelo amor, pelo carinho, incentivo, amizade, e por me dar forças em todos os momentos de fraqueza! Ao meu padrasto Gilberto pelo apoio na minha escolha, acolhida, amor e proteção nestes anos. Ao meu pai Sergio, por acreditar sempre em mim, pelo amor, pelas conversas, incentivo e amizade. Ao meu irmão Marcelo! Todo meu esforço e dedicação foi por vocês, minha família e bem maior! Amo muito vocês!

Aos meus familiares, amigos e amigas por torcerem por meus propósitos. Ao Fabio, pelo apoio e incentivo desde o primeiro instante, pelo amor, amizade e carinho.

Aos meus orientadores, Romildo e Camila, pelos ensinamentos transmitidos, pela paciência, apoio e por terem confiado em mim. Tenho muito orgulho de ter tido vocês dois como orientadores.

Ao programa de Pós-graduação do Departamento de Engenharia Civil da COPPE e a todos os professores pelos ensinamentos passados.

À equipe Numats: Luzidelle, Bruna, Claudinha, Alessandro, Adailton, Anderson e muitos outros colegas pelo cuidado, carinho, e apoio, em todos os momentos. Vocês foram essenciais para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus amigos do Numats, em especial Tamara, Jéssica, Yassin, Dani, Vanessa, Pedro, Gabriela Puente, Carol e Mayara, pelos momentos agradáveis, por dividir histórias, conversas, ensinamentos, risadas, carinho e, principalmente, amor. A Karla, pelos ensinamentos, ajuda e amizade desde que nos conhecemos! Com vocês, a caminhada se tornou alegre e prazerosa.

Ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pelo suporte concedido durante o trabalho.

À Vale, pelo material concedido.

Ao Cnpq pelo apoio financeiro.

*“O conceito de sustentabilidade se refere à busca pelo desenvolvimento econômico e social, buscando minimizar ao máximo as interferências destrutivas ao meio ambiente, mantendo-o a salvo para as futuras gerações (AGOPYAN;JOHN, 2011).”*

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO DE MINÉRIO DE FERRO (IOT) E  
AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NO COMPORTAMENTO FÍSICO-QUÍMICO  
E MECÂNICO DE PASTAS DE CIMENTO

Carolina Goulart Bezerra

Setembro/2017

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho.

Camila Aparecida Abelha Rocha.

Programa: Engenharia Civil

A utilização de resíduos da mineração em outra cadeia produtiva é uma forma sustentável de minimizar os danos ambientais causados pela atividade de mineração. A construção civil, por consumir grandes quantidades de materiais naturais, desponta como alternativa potencial para o aproveitamento desses resíduos. O presente trabalho visa caracterizar a lama de rejeito de minério de ferro (IOT), proveniente da barragem de Conceição/MG, e avaliar o comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento com adição de IOT. Para isto, foram produzidas pastas com relação água:sólidos de 0,45 e 0,65 e teores de substituição (em massa) do cimento pela lama de IOT de 5, 10 e 15% (teor de sólidos). Adicionalmente, avaliou-se a influência da secagem do IOT antes da sua adição a mistura. O IOT foi caracterizado por meio de ensaios de granulometria, massa específica, teor de umidade/sólidos, composição química e mineralógica, micrografias e análise termoanálises. Nas pastas foi avaliada a cinética de hidratação, reologia e comportamento físico e mecânico. Os resultados indicaram que o aumento do teor de IOT acelerou as reações de hidratação das pastas e reduziu a trabalhabilidade das misturas. O comportamento mecânico a poucas idades (3 e 7 dias) não foi alterado pela substituição de até 10% de IOT nas misturas. Para as idades de 28 e 90 dias houve uma pequena redução de resistência com aumento do teor de IOT. A segregação, massa específica e índice de vazios foi pouco afetada pelos teores de IOT utilizados (diferenças inferiores a 5%).

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

CHARACTERIZATION OF IRON ORE TAILING (IOT) AND ITS INFLUENCE ON  
THE PHYSICAL-CHEMICAL AND MECHANICAL BEHAVIOR OF CEMENT  
PASTES

Carolina Goulart Bezerra

September/2017

The use of mining wastes in another productive chain is a sustainable way of minimizing the environmental damages caused by the mining activity. Civil construction, by consuming large quantities of natural materials, emerges as a potential alternative for the use of these wastes. The present work aims to characterize the iron ore tailings (IOT) sludge from the Conceição/ MG dam, and to evaluate the physico-chemical and mechanical behavior of cement pastes were produced with water: solid ratio of 0.45 and 0.65 and cement substitution (by mass) for IOT sludge of 0, 5, 10 and 15% (solids content). In addition, the influence of the drying of the IOT before its addition the mixture was evaluated. The IOT was characterized by granulometry, density, moisture / solids content, chemical and mineralogical composition, micrographs and thermoanalysis. In the pastes, the hydration kinetics, rheology, and physical and mechanical behavior were evaluated. The results indicated that the increase in IOT content accelerated the hydration reactions and reduced the workability of the pastes. The mechanical behavior at a few ages (3 and 7 days) was not altered by the presence of up to 10% IOT in the mixtures. For the ages of 28 and 90 days there was a small reduction of strength with the increase of IOT content used. The segregation, density and voids index were little affected by the IOT contents used (differences below 5%).

# SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	xi
LISTA DE TABELAS .....	xv
LISTA DE ABREVIACÕES .....	xvii
1. INTRODUÇÃO .....	1
1.1 OBJETIVOS .....	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 INDÚSTRIA DE MINERAÇÃO .....	4
2.1.1 Minério de Ferro.....	4
2.1.2 Relevância da Indústria de Minério de Ferro no Brasil.....	5
2.1.3 Beneficiamento do Minério de Ferro.....	9
2.2 RESÍDUOS SÓLIDOS DA MINERAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO .....	12
2.2.1 Geração de Resíduos sólidos da Mineração de Minério de Ferro no Brasil e no Mundo.....	12
2.2.2 Problemática da Disposição dos Rejeitos de Minério de Ferro.....	15
2.2.3 Histórico de Falhas em Barragens de Rejeito.....	16
2.2.4 Propriedades e Características do Rejeito de Minério de Ferro .....	20
2.2.5 Iniciativas para Destinação dos Rejeitos – Panorama Mundial.....	24
2.3 MATERIAIS CIMENTÍCIOS .....	28
2.3.1 Cimento Portland.....	28
2.3.2 Indústria do Cimento e seus Impactos Ambientais .....	30
2.3.3 Sobre o Papel do <i>Filler</i> na Composição do Cimento .....	33
3. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	35
3.1 MATÉRIAS PRIMAS PARA PRODUÇÃO DAS PASTAS.....	36
3.1.1 Rejeito de Minério de Ferro .....	36
3.1.2 Cimento Portland.....	41

3.1.3	Água .....	41
3.2	MÉTODOS DE ENSAIOS UTILIZADOS .....	42
3.2.1	Classificação granulométrica.....	42
3.2.2	Difração de Raios X (DRX) .....	42
3.2.3	Massa específica .....	44
3.2.4	Teor de Umidade/ Sólidos .....	45
3.2.5	Composição Química .....	45
3.2.6	pH .....	47
3.2.7	Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV- EDS).....	48
3.2.8	Análise Térmica.....	49
3.3	METODOLOGIA DE PRODUÇÃO E AVALIAÇÃO DAS PASTAS .....	50
3.3.1	Dosagem, Produção, Moldagem e Cura das Pastas.....	50
3.4	PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO FRESCO .....	52
3.4.1	Propriedades Reológicas.....	52
3.4.2	Massa específica aparente no estado fluido.....	60
3.4.1	Estudo da hidratação das pastas contendo IOT .....	61
3.5	PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO ENDURECIDO .....	70
3.5.1	Propriedades Mecânicas .....	70
3.5.2	Sedimentação Estática ou Estabilidade .....	71
3.5.3	Absorção total, Índice de Vazios e Massa específica.....	74
4.	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	76
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS .....	76
4.1.1	Classificação Granulométrica.....	76
4.1.2	Difração de Raios X (DRX) .....	78
4.1.3	Massa Específica .....	79
4.1.4	Teor de Umidade/ Sólidos .....	80
4.1.5	Composição Química .....	80

4.1.6	pH .....	83
4.1.7	Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-EDS).....	84
4.1.8	Análise Térmica.....	87
4.2	PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO FRESCO .....	90
4.2.1	Propriedades Reológicas.....	90
4.2.1	Massa específica aparente no estado fluido.....	95
4.2.1	Estudo da hidratação das pastas contendo IOT .....	96
4.3	PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO ENDURECIDO .....	111
4.3.1	Propriedades Mecânicas .....	111
4.3.2	Sedimentação Estática ou Estabilidade .....	120
4.3.1	Absorção total, Índice de Vazios e Massa Específica .....	122
5.	CONCLUSÕES.....	124
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	127

# LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Comparativo da produção de minério de ferro no Brasil e no mundo. Adaptada Fonte: IBRAM (2015).....	6
Figura 2.2: Exportações de minério de ferro no mundo no ano de 2014 (U.S. Geological Survey, 2015). .....	7
Figura 2.3: Importações de minério de ferro no mundo no ano de 2014 (WORLD STEEL ASSOCIATION, 2016). .....	7
Figura 2.4: Principais estados arrecadadores de CFEM no primeiro semestre de 2016. Fonte: DNPM/DIPAR (2016).....	8
Figura 2.5: Fluxograma típico de tratamento de minérios. Adaptado por WOLFF, 2009. ....	11
Figura 2.6: Total de resíduos (inclusive estéril e rejeito) inventariados no Estado de Minas Gerais em 2016 (ano base 2015) (FEAM, 2016).....	14
Figura 2.7: Produção diária de rejeitos nas principais usinas de beneficiamento de minério de ferro da Vale (FRANCA, 2009). .....	21
Figura 2.8: Distribuições granulométrica adaptada de MARTINS e BORGES, 2002; GUIMARÃES, VALADÃO e PERES, 2012; YANG, CUI e QIN , 2015. ....	24
Figura 2.9: Fluxo de calor durante a hidratação do cimento pelo método de calorimetria (JOLICOEUR e SIMARD, 1998). .....	30
Figura 3.1: Programa experimental visando o estudo do comportamento físico-químico-mecânico de pastas de cimento com substituição do rejeito de minério de ferro.....	35
Figura 3.2: Localização da jazida de minério de ferro Conceição II, Minas Gerais. ....	37
Figura 3.3: (a) Homogeneização vedada com auxílio da Furadeira Bosch; (b) Aproximação da homogeneização realizada; .....	38
Figura 3.4: Homogeneização da lama de rejeito com auxílio do agitador mecânico <i>Fisatom</i> modelo715. ....	38
Figura 3.5:(a) Amostra de rejeito de minério de ferro segregada; (b) Desagregação manual na peneira de 300µm;.....	39
Figura 3.6: Amostra da lama de Conceição desagregada;.....	39
Figura 3.7: (a) Início do processo de homogeneização do rejeito de minério de ferro; (b),(c),(d) Etapas do processo de homogeneização realizando movimentos em diversas direções da folha.....	40

Figura 3.8: Formação da pilha para realizar o quarteamento do rejeito de minério de ferro. ....	41
Figura 3.9: (a) Fusão utilizando o Vulcan da empresa Fluxana – Hd Elektronik.(b) Prensa Vaneox® Technology da empresa Fluxana. ....	47
Figura 3.10: Amostra de rejeito prensada com aglomerante ácido bórico ( $H_3BO_3$ ). ....	47
Figura 3.11: Moldagem dos corpos-de-prova das pastas de referência e com 5,10 e 15% de substituição do cimento por IOT. ....	51
Figura 3.12: Corpos-de-prova desmoldados das pastas de referência e com 5,10 e 15% de substituição do cimento por IOT. ....	52
Figura 3.13: (a) Misturador Chandler® utilizado para o preparo das misturas e (b) Consistômetro atmosférico modelo 1200 – Chandler. ....	53
Figura 3.14: Representação esquemática do funcionamento do reômetro Brookfield modelo DV-III Ultra (BROOKFIELD, 2012). ....	54
Figura 3.15: (a) Histórico de cisalhamento das pastas (b) Detalhe do primeiro trecho. ....	57
Figura 3.16: (a) Determinação da tensão de escoamento estática. (b) Determinação da tensão de escoamento dinâmica e viscosidade plástica. ....	58
Figura 3.17: (a) Preenchimento de um pequeno molde tronco-cônico com a pasta; (b) Tronco de cone preenchido completamente com a pasta; (c) Remoção do molde tronco-cônico de baixo para cima, verificando à abertura diametral da pasta. ....	59
Figura 3.18: Balança de Lama utilizada na determinação da massa específica aparente. ....	60
Figura 3.19: (a) Mistura das matérias primas durante 60 segundo; (b) Inserção da pasta na seringa; (c) Pesagem de 6g da mistura na ampola; (d) Vedação da ampola para inserir no canal do calorímetro. ....	62
Figura 3.20: Interpretação do fluxo de calor durante a hidratação de pasta de referência. ....	63
Figura 3.21: Curvas TG e DTG de amostra de cimento CP V. ....	66
Figura 3.22: Curvas TG, DTG e DTA de amostra de pasta de cimento na idade de 3 dias com as devidas marcações das perdas de massa. ....	67
Figura 3.23: (a) Equipamento Wykeham Farrance com os LVDTs instalados; (b) Corpos-de-prova posicionado com transdutores elétricos. ....	71
Figura 3.24: (a) Homogeneização da pasta vertida até a metade da profundidade nos moldes; (b) Homogeneização da pasta vertida até a borda dos moldes; (c) Tubos decantadores preenchidos; (d) Moldes no banho térmico. ....	73

Figura 4.1: Curvas granulométricas do Cimento Portland CPV-ARI e dos rejeitos de minério de ferro (IOT) na forma de lama e seca. ....	77
Figura 4.2: Difratoograma da lama de rejeito de Conceição, Itabira, MG. ....	78
Figura 4.3: Fotomicrografia MEV da fração do rejeito de Conceição II com (a) 100x e (b) 300x. ....	84
Figura 4.4: Fotomicrografia MEV da fração do rejeito de Conceição II x15000. ....	85
Figura 4.5: Fotomicrografia de partículas com elevado teor de ferro. ....	85
Figura 4.6: Fotomicrografia com partículas de goethita.....	86
Figura 4.7: Fotomicrografia com partículas de quartzo. ....	87
Figura 4.8: Análise térmica (TD/DTG/DSC) do rejeito de minério de ferro. ....	88
Figura 4.9: Análise térmica (TG/DSC/DTG) do cimento CPV- ARI. ....	89
Figura 4.10: Curva de tensão típica e escoamento estático das pastas de cimento. ....	91
Figura 4.11: Resultados do trecho descendente da curva de Tensão de cisalhamento (Pa) x Taxa de Cisalhamento para diferentes misturas. ....	92
Figura 4.12: Mini espalhamento das misturas (a) referência; (b) 5% de IOT; (c) 10% de IOT; (d) 15% de IOT; (e) 10% IOT seco. ....	94
Figura 4.13: Relação entre tensão de cisalhamento estática (Pa) e o diâmetro de espalhamento (cm).....	95
Figura 4.14: Massa específica das pastas obtido pelo método da balança de lama.....	96
Figura 4.15: (a) Curvas de fluxo de calor para as pastas de referência, 5%, 10% e 15% IOT; (b) Curvas de fluxo de calor nas primeiras 10 horas (c) Curvas de calor acumulado para as calor liberado acumulado para as pastas de referência, 5%, 10% e 15% IOT; na relação água: sólidos 0,45.....	99
Figura 4.16: (a) Curvas de liberação de calor para as misturas Referência, 5% IOT, 10% IOT e 15% IOT, na relação água/cimento de 0,65. (b) Curvas de calor liberado acumulado para as misturas Referência, % IOT, 10% IOT e 15% IOT, na relação água: sólidos 0,65.....	102
Figura 4.17: (a) Curvas de liberação de calor para as misturas 10% IOT lama e seco. (b) Curvas de calor liberado acumulado para as misturas 10% IOT lama e seco, na relação água: sólidos 0,45. ....	104
Figura 4.18: Curvas da TG e DTG do cimento não hidratado e após 3, 7, 28 e 90 dias de hidratação das pastas de referência.....	105
Figura 4.19: Curvas de DTG para as pastas com substituição de 0%, 5%, 10% e 15% curadas por (a) 3d (b) 7d (c) 28d (d) 90d. ....	107

Figura 4.20: Conteúdo de (a) água combinada com CH e (b) água total combinada;..	110
Figura 4.21: Curvas típicas tensão <i>versus</i> deformação das pastas nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias (a) Referência; (b) 5% de IOT; (c) 10% de IOT; (d) 15% de IOT e (e) 10% de IOT seco, na relação água: sólidos 0,45. ....	113
Figura 4.22: Resistência à compressão das pastas de referência e das pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,45.....	116
Figura 4.23: Módulo de elasticidade das pastas de referência e das pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,45.....	117
Figura 4.24: Resistência à compressão das pastas com 10% de rejeito de minério de ferro, na forma seca e na forma de lama, na relação água: sólidos 0,45. ....	117
Figura 4.25: Curvas típicas tensão <i>versus</i> deformação das pastas nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias (a) Referência; (b) 10% de IOT, na relação água: sólidos 0,65. ....	119
Figura 4.26: Resistência à compressão das pastas de referência e das pastas com 10% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,65. ....	120
Figura 4.27: Variação de massa específica entre o topo e a base das amostras curadas com substituições do 10% com IOT seco, e com as substituições de 0, 5, 10 e 15% de IOT em lama, nas relações água: sólidos 0,45 e 0,65.....	121

# LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Estatística de rupturas em barragens de rejeito. ....	19
Tabela 2.2: Composições químicas de diferentes amostras de rejeito de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero em Minas Gerais. ....	22
Tabela 3.1: Valores de <i>YMC</i> e dimensões das palhetas em cruz (adaptado de BROOKFIELD, 2012). ....	56
Tabela 4.1: Valores dos parâmetros característicos D10, D50 e D90 do cimento Portland CPV-ARI, e do Rejeito de Minério de ferro (IOT) na forma de lama e seca. ....	77
Tabela 4.2: Análise mineralógica quantitativa pelo método de Rietveld. ....	79
Tabela 4.3: Composição química (em teor de óxidos) da lama de rejeito de Conceição, Itabira, MG, determinado pelo método Fundido e Prensado. ....	81
Tabela 4.4: Composição química do cimento CPV-ARI pelo método fundido e prensado. ....	83
Tabela 4.5: Conteúdo percentual calculado na base inicial da massa de cimento. ....	89
Tabela 4.6: Limite de escoamento estático ou tensão máxima no período de pré-cisalhamento, utilizando a pasta de 0%, 5%, 10%, 15% IOT lama e 10% IOT seco, com os respectivos desvios padrão na relação água: sólidos 0,45. ....	91
Tabela 4.7: Tensão de escoamento dinâmica (Pa) e Viscosidade Plástica (PA.s) das pastas de diferentes teores de IOT, com os respectivos desvios padrão na relação água: sólidos 0,45. ....	93
Tabela 4.8: Média dos resultados do mini espalhamento utilizando a pasta de 0%, 5%, 10%, 15% IOT lama e 10% IOT seco, com os respectivos desvio padrão na relação a/c : 0,45. ....	95
Tabela 4.9: Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 0%, 5%, 10% e 15% de substituição de cimento por IOT, com relação água/cimento de 0,45. ....	99
Tabela 4.10: Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 0%, 5%, 10% e 15% de substituição de cimento por IOT, com relação água/cimento de 0,65. ....	102
Tabela 4.11: Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 10% substituição de cimento por IOT em forma de lama e seco, com relação água/cimento de 0,45. ....	104

Tabela 4.12: Conteúdo porcentual de hidratação, calculado na base inicial da massa de cimento. ....	108
Tabela 4.13: Valores médios de resistência à compressão e módulo de elasticidade para as pastas de referência e as pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro em forma de lama e substituição do cimento por 10% do rejeito de minério de ferro na forma seca, na relação água: sólidos 0,45.....	114
Tabela 4.14: Valores médios de resistência à compressão e módulo de elasticidade para as pastas de referência e as pastas com 10% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro em forma de lama, na relação água: sólidos 0,65.....	118
Tabela 4.15: Resultados das massas específicas de cada seção do cilindro das misturas, e sua média final. ....	122
Tabela 4.16: Resultados de absorção de água, índice de vazios, massa específica das amostras curadas com substituições de 0, 5, 10 e 15% de IOT em lama e 10% com IOT seco. ....	123

# LISTA DE ABREVIACÕES

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

IOT - Rejeito de minério de ferro (iron ore tailing)

CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente

NBR - Norma Brasileira Regulamentadora

DNPM - Departamento Nacional da Produção Mineral

DRX - Difractometria de raios X

FEAM - Fundação Estadual de Meio Ambiente

FRX - Fluorescência de raios X

MEV - Microscópio eletrônico de varredura

CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

# Capítulo 1

## 1. INTRODUÇÃO

A exploração dos recursos naturais corre numa velocidade acentuada, comprometendo o futuro da sociedade como um todo (PORTELLA, 2015). Na atividade de mineração é gerado um grande volume de resíduos sólidos e a disposição dos rejeitos constitui-se em um grande passivo ambiental no mundo todo. Isso ocorre em função da exploração crescente de jazidas de baixos teores de minério de ferro no mundo, tendo como consequência a exigência de grandes áreas para sua deposição, sem contar seu potencial de contaminação do solo e águas superficiais e subterrâneas.

A indústria da construção civil consome grande quantidade de recursos naturais, o que faz com que este setor gere significativo impacto ambiental (DAMINELI, 2013). O desenvolvimento de materiais com menor fator de emissão e consumo de recursos não renováveis, tais como resíduos urbanos, agroindustriais e industriais, resulta em benefícios para uma construção civil aumentando a sua sustentabilidade.

A incorporação de resíduos nas matrizes cimentícias pode reduzir a emissão de CO<sub>2</sub> e o consumo de energia das mesmas, além de contribuir para redução do impacto ambiental relacionado com a destinação dos resíduos (GONÇALVES, TOLEDO FILHO e FAIRBAIN, 2006). Assim, uma cadeia potencialmente apta a sorver, em larga escala, os rejeitos de mineração é a da construção civil.

Desta maneira, com o propósito de minimizar os impactos ambientais do setor mineral, no ano de 2016, o Ministério Público Federal (MPF) publicou um documento (RECOMENDAÇÃO N°014/2016-MPF-GAB/FT) no qual ressalta que a gestão integrada dos resíduos sólidos da mineração será sustentável na medida em que reintroduzir os mesmos em outras cadeias produtivas e, em especial, se o mesmo for utilizado como matéria prima em produtos da construção civil. Nesse documento, o MPF recomenda ao Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM) que não aprove o Plano de Aproveitamento Econômico (PAE) de lavra de minério de ferro caso o empreendedor não implemente no período de 2016 a 2025 o reaproveitamento do

rejeito em outra cadeia econômica, em percentuais progressivos de 5% (ano de 2016) até 70% (ano de 2025).

Assim, tendo em vista o enorme passivo decorrente da destinação dos significativos volumes de rejeitos em barragens, associado aos riscos de ruptura e falha nas barragens, bem como os danos ambientais inerentes à manutenção dos rejeitos nestas estruturas de contenção, prevê-se que, em um futuro próximo, a destinação dos rejeitos de forma sustentável em outras cadeias de produção tornar-se-á mandatória para continuidade das operações de mineração.

A destinação adequada dos rejeitos é uma preocupação atual do setor mineral que está impulsionando o desenvolvimento de pesquisas visando a reutilização dos rejeitos. PINTO (2013) menciona que conforme se beneficia o minério, o rejeito pode apresentar-se como um material de granulometria fina e de alta plasticidade, como as lamas. O elevado teor de finos das mesmas pode contribuir para a continuidade do tamanho das partículas em matrizes de cimento facilitando o efeito *filler* e auxiliando no empacotamento das partículas sólidas das misturas.

A indústria do cimento Portland mundial contribui com cerca de 7% das emissões de gases de efeito estufa para a atmosfera da terra, sendo uma das principais fontes emissoras de dióxido de carbono (BAKULAMBA DEVI *et al.*, 2015). A proposição deste trabalho consiste no estudo do rejeito de minério de ferro in natura como substituto parcial do cimento Portland. Espera-se que a utilização do rejeito de minério de ferro (*iron ore tailing* - IOT) na matriz de cimento reduza as emissões de CO<sub>2</sub> das misturas e promova o aumento da sustentabilidade da indústria de mineração pela redução da disposição de resíduos em barragens de rejeitos, diminuindo os potenciais danos nocivos ao meio ambiente e aos seres humanos.

## **1.1 OBJETIVOS**

O objetivo geral desta pesquisa é caracterizar a lama de rejeito de minério de ferro (IOT), proveniente do processo da deslamagem da barragem de Conceição no município de Itabira - MG, e avaliar a influência da mesma nas propriedades físico-químico-mecânica das pastas de cimento.

A pesquisa terá como enfoque a substituição parcial de cimento Portland pelo rejeito na forma de lama e após a sua secagem. Três teores de substituição, em massa, do cimento pela lama de IOT, quais sejam, 5, 10 e 15%, foram utilizados em pastas com relação água: sólidos de 0,45 e 0,65. Adicionalmente utilizou-se o IOT seco na proporção de 10%. O trabalho tem como objetivos específicos:

- Caracterização físico-química do rejeito de minério de ferro (IOT);
- Identificar a cinética das reações de hidratação das pastas com diferentes teores de substituição do cimento por IOT;
- Avaliar o comportamento reológico das pastas contendo diferentes teores de IOT
- Avaliar o desempenho mecânico das pastas até a idade de 90 dias;
- Avaliar as propriedades físicas das pastas de cimento.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 INDÚSTRIA DE MINERAÇÃO

#### 2.1.1 Minério de Ferro

Os minerais de ferro estão presentes em 4,5% da crosta terrestre, sendo considerado o quarto elemento mais abundante, superando apenas o oxigênio, o silício e o alumínio. O ferro geralmente ocorre em seus minérios sob a forma de óxidos minerais, tais como a hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ou goethita ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) e também, em menores proporções, a limonita ( $\text{FeO}(\text{OH})\cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) (GIRODO, 2005).

Os minérios de ferro ocorrem numa grande variedade de ambientes geológicos, por isto, existem variações nos teores e nas combinações químicas de metais contidos nas rochas, podendo determinar aplicações distintas e sua viabilidade como minério (MIRON e BOYD, 2006).

Os maiores depósitos de minério de ferro no Brasil são as formações ferríferas bandadas (FFB), também conhecidas internacionalmente como Banded Iron Formations (BIF's) - denominadas de itabirito, que são rochas finamente bandadas ou laminadas, constituída de camadas com predominância de minerais de silício (quartzo) e de ferro (MUNDIAL, 2009; WOLFF, 2009; DE ANDRADE, 2017)). Segundo CARVALHO (2014), as FFB compreendem as maiores reservas de ferro do mundo, com teores médios do metal entre 20 e 55%.

No Brasil, as principais regiões produtoras de minério de ferro são: Quadrilátero Ferrífero (Minas Gerais), a Província Mineral de Carajás (Pará) e a região de Corumbá (Mato Grosso do Sul) – onde possuem as FFB. O Quadrilátero Ferrífero (QF) é considerado a maior província de minérios do Brasil, sendo descobertos minérios metálicos e pedras preciosas no fim do século XVII (NUNES, COSTA e SILVA, 2012; CARVALHO, 2014). GIRODO (2005) relata que no QF costuma-se usar a designação

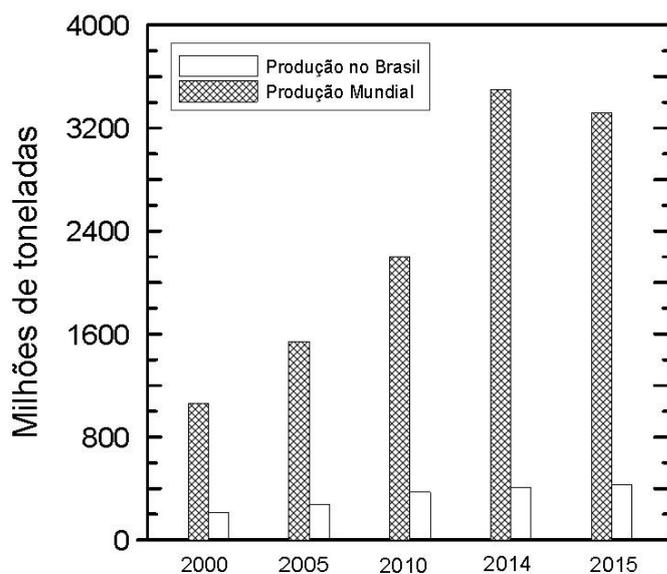
de itabirito para minério de ferro pobres ( $Fe < 64\%$ ) e hematita para o minério de ferro rico ( $Fe > 64\%$ ).

### **2.1.2 Relevância da Indústria de Minério de Ferro no Brasil**

A indústria de minério de ferro tem grande importância na economia mineral brasileira, sendo responsáveis pela produção primária de vários materiais, permitindo o bem-estar e a melhoria da qualidade de vida das pessoas (MARTINS *et al.*, 2014; BAKULAMBA DEVI *et al.*, 2015). Sobretudo, o Brasil é um dos principais países com recursos minerais no mundo, possuindo, de maneira geral, altos teores de ferro em seu minério, sendo assim considerado um produtor em potencial (MUNDIAL, 2009; GOMES, 2009; PONTES *et al.*, 2015). Em termos de recursos, ocupa a 2ª posição mundial (USGS, 2016).

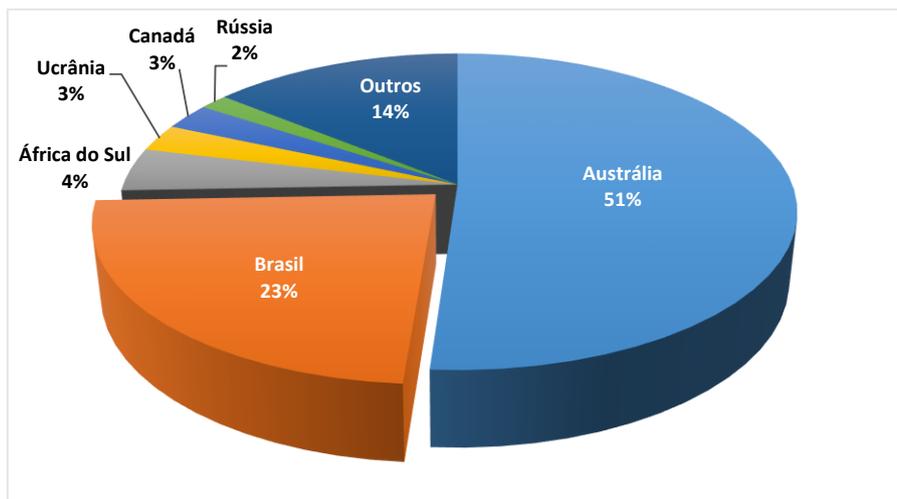
No ano de 2015 a produção global de minério de ferro atingiu 3,4 bilhões de toneladas, enquanto a indústria extrativa mineral brasileira produziu 428 milhões de toneladas de minério de ferro ou 11,4% da produção mundial, ficando atrás somente da China e da Austrália (IBRAM, 2015; U.S.GEOLOGICAL SURVEY, 2016). Embora o saldo da balança mineral ter decaído no ano de 2015 e 2016, o setor mineral brasileiro sustentou a conta do saldo do comércio exterior no Brasil (IBRAM, 2015; 2017). A Figura 2.1 mostra um comparativo entre a produção mineral no Brasil e a produção mundial, para o minério de ferro.

Segundo dados da USGS (2015; 2016) as reservas estimadas de minério de ferro bruto no Brasil alcançaram 31 bilhões de toneladas em 2014, situando o país em segundo lugar em relação às reservas mundiais. Em 2015 houve uma redução das reservas de minério bruto, passando para 23 bilhões de toneladas, situando o país em terceiro lugar, juntamente com a China, entretanto, considerando-se as reservas em termos de ferro contido no minério, o Brasil possui minas de destaque por conter alto teor de hematita nos minérios (PINTO, 2013).



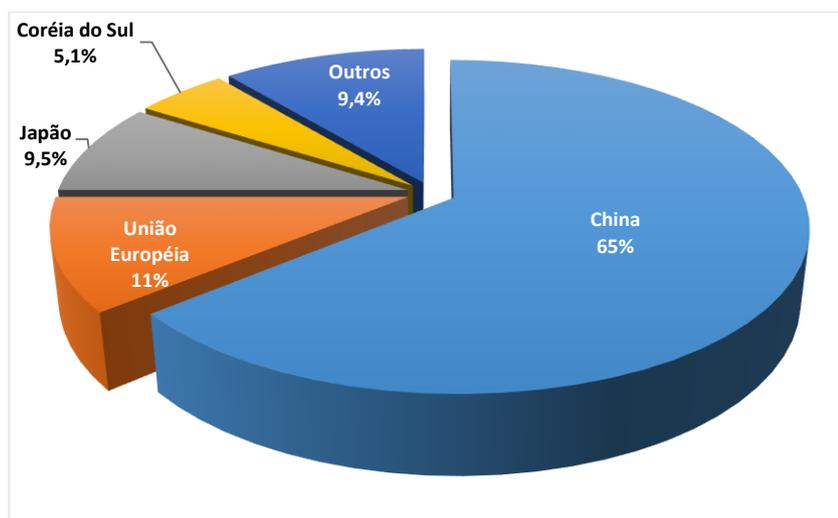
**Figura 2.1: Comparativo da produção de minério de ferro no Brasil e no mundo. Adaptada Fonte: IBRAM (2015)**

Quanto as exportações brasileiras de minerais primários, de acordo com dados do Instituto Brasileiro de Mineração, o minério de ferro é o principal produto, representando aproximadamente 80% das exportações. Nos últimos quatro anos (2012-2016), o minério de ferro liderou a pauta de exportações na conta de Produtos Básicos. Ainda mais, as exportações de minérios no ano de 2014 contribuíam com mais de US\$ 34 bilhões, sendo somente o minério de ferro responsável por US\$ 25,8 bilhões deste valor, representando 76% do total (IBRAM, 2015). A Figura 2.2 mostra a participação dos principais países produtores nas exportações de minério de ferro no mundo.



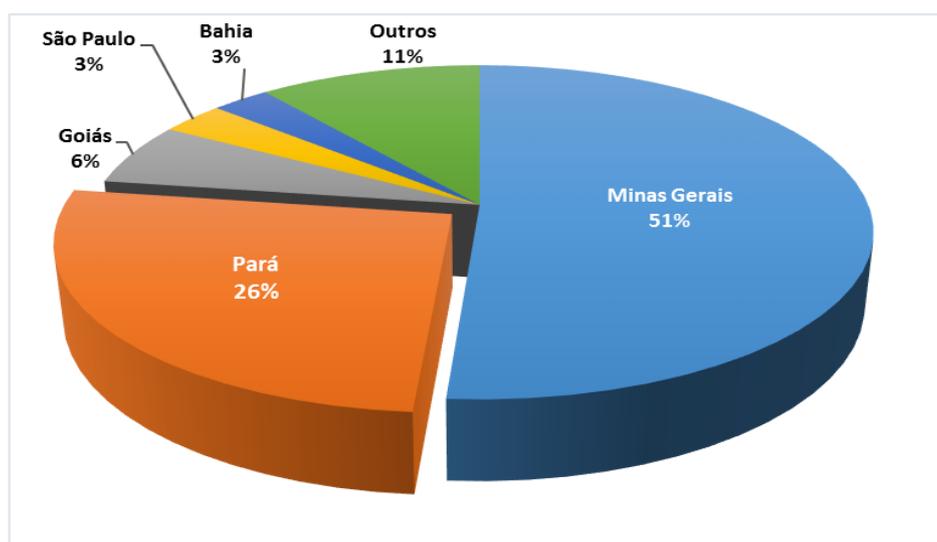
**Figura 2.2: Exportações de minério de ferro no mundo no ano de 2014 (U.S. Geological Survey, 2015).**

Analogamente, quando se refere a importações de minério de ferro, a China desponta em primeiro lugar, com uma importação de 953,1 milhões de toneladas o que equivale a aproximadamente 65% das importações mundiais, conforme apresentado na Figura 2.3 (WORLD STEEL ASSOCIATION, 2016).



**Figura 2.3: Importações de minério de ferro no mundo no ano de 2014 (WORLD STEEL ASSOCIATION, 2016).**

De acordo com o recolhimento de Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM), os maiores estados contribuintes são também os maiores produtores de minérios, Minas Gerais (51,1%) e Pará (26,2%) (DNPM, 2016). De certo, o principal Estado no setor de mineração é Minas Gerais, possuindo relevância nacional por possuir grandes empresas de mineração no Estado que exportam 51,6% do minério para o mundo (IBRAM, 2015). (Figura 2.4).



**Figura 2.4: Principais estados arrecadadores de CFEM no primeiro semestre de 2016. Fonte: DNPM/DIPAR (2016).**

Segundo o Instituto Brasileiro de Mineração - IBRAM (2015), somente o Estado de Minas Gerais é responsável pela extração de 180 milhões de toneladas/ano de minério de ferro. Mais ainda, o estado é responsável por aproximadamente 53% da produção brasileira de minerais metálicos e 29% de minérios, considerado o mais importante estado minerado do Brasil.

Desta maneira, podemos afirmar sobre a importância do setor mineral na economia do país e do mundo, visto que a sua prática contribui para grande geração de empregos e aumento de renda, participando ativamente no aumento do PIB e aquecendo o mercado em âmbito geral (GONELLA *et al.*, 2015).

### 2.1.3 Beneficiamento do Minério de Ferro

O minério bruto, ao ser explotado, não se encontra suficientemente puro ou adequado para a utilização industrial. O beneficiamento de minérios é considerado como um tratamento industrial que prepara granulometricamente, purifica ou enriquece minérios por métodos físicos ou químicos, sem alteração da constituição química dos minerais, tornando-os aptos à utilização na indústria metalúrgica (ARAÚJO, 2006; GUIMARÃES, 2011). Igualmente, MARTINS e BORGES, (2002) relatam que o minério de ferro extraído da mina é beneficiado para remoção de impurezas tais como sílica e alumina. BRASIL (2012) também enfatiza que os processos têm a finalidade de padronizar o tamanho dos fragmentos, remover minerais associados sem valor econômico e aumentar a qualidade, pureza ou teor do produto final.

De acordo com LUZ, SAMPAIO e FRANÇA (2010), o beneficiamento de minérios abrange: cominuição (britagem e moagem), para uma redução de tamanho das partículas; separação por tamanho através do peneiramento e classificação (ciclonação, classificação em espiral) com finalidade de separar as espécies minerais, obtendo-se um concentrado e um rejeito; concentração (gravítica, eletro-magnética, eletrostática, por flotação), para remover a maior parte da ganga (impurezas) presente no minério; desaguamento (espessamento e filtração); secagem (secador rotativo, *spray dryer*, secador de leito fluidizado); e disposição de rejeito. Neste sentido, a Figura 2.5 ilustra o fluxograma típico de tratamento de minérios, segundo a Norma Reguladora de Mineração (NRM – 18).

De um modo geral, o processo de beneficiamento do minério de ferro consiste em britagem, lavagem e peneiramento, gerando produtos como: ferro granulado ( $6,35\text{mm} \leq \text{Ø} \leq 38,10\text{mm}$ ), hematitinha ( $6,35\text{mm} \leq \text{Ø} \leq 9,52\text{mm}$ ), sinter-feed ( $\text{Ø} \leq 6,35\text{mm}$ ) e lama de lavagem (ARISTIMUNHO e BERTOCINI, 2012). LUZ, SAMPAIO e FRANÇA (2010), relatam que em função do tipo do método de beneficiamento adotado e do tipo minério, o rejeito adquire características distintas.

Os produtos e os rejeitos de minério de ferro não são definidos apenas pelos teores mínimos de ferro (Fe) e máximos das impurezas ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PO}_4$ , perda ao fogo (PPC), etc.), mas também por classes de frações granulométricas rigidamente controladas (GOMES, 2009). ESPÓSITO (2000) ressalta que os rejeitos, quando são de

granulometria fina, são denominados lamas, e quando de granulometria grossa (acima de 0,074 mm), são denominados rejeitos granulares.

Desta forma, os rejeitos finos geralmente são gerados após o processo de deslamagem do minério de ferro, que ocorre na fase de concentração (PORTES, 2013). Na etapa da deslamagem, ou remoção de lamas, acontece a eliminação de uma grande quantidade de material fino, sem uma separação granulométrica precisa ou eficiente (CHAVES, 2002), sendo considerada uma operação fundamental para os processos de separação de magnética a úmido e a filtração (LUZ, SAMPAIO e FRANÇA, 2010).

O sistema de tratamento da lama funciona da seguinte maneira: a lama da lavagem do minério de ferro é transportada por gravidade, por meio de canaletas, até um espessador. O material espessado (“underflow”) é escoado por meio de tubulações até as bacias de decantação situadas no pé do morro; e a fase líquida retorna ou “overflow” (sobrenadante ao processo de lavagem do minério de ferro através de bombeamento) (ARISTIMUNHO e BERTOCINI, 2012).

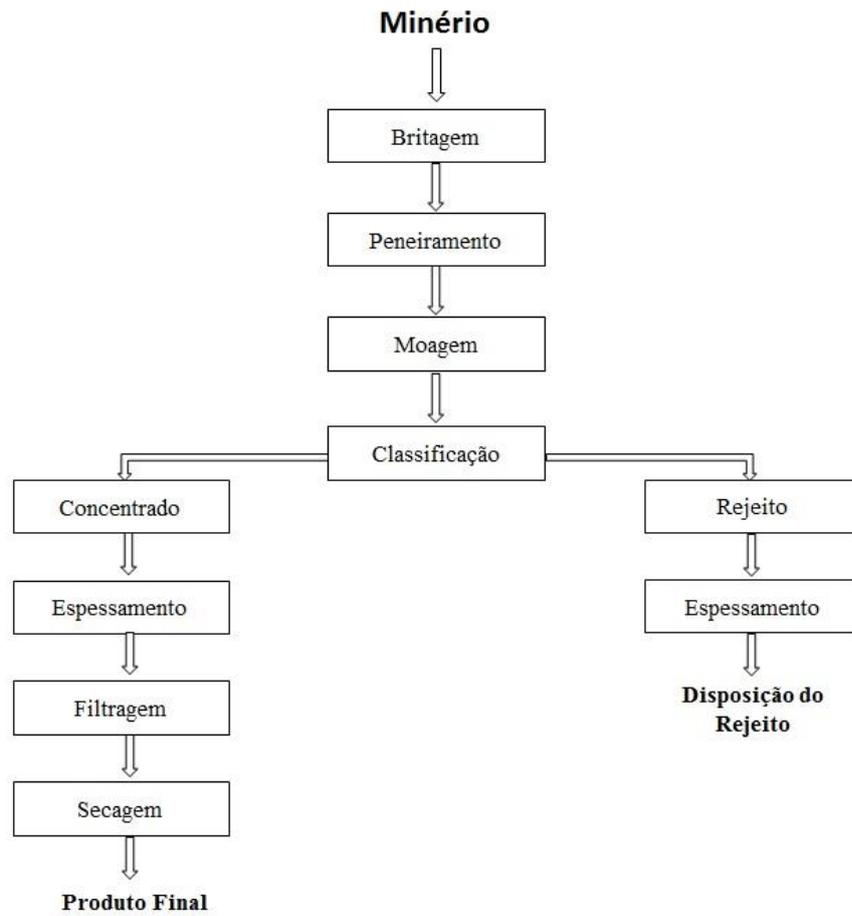


Figura 2.5: Fluxograma típico de tratamento de minérios. Adaptado por WOLFF, 2009.

## **2.2 RESÍDUOS SÓLIDOS DA MINERAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO**

### **2.2.1 Geração de resíduos sólidos da mineração de minério de ferro no Brasil e no mundo**

Atualmente, a constante expansão da demanda para o ferro e aço no mundo acelera a geração de resíduos de minério de ferro (*Iron Ore Tailing - IOT*), sendo este considerado como um desperdício (SAKTHIVEL *et al.*, 2010; LIU *et al.*, 2010). Nos últimos anos, o aumento na geração de resíduos sólidos gerados pelas indústrias siderúrgica e mineradora é cada vez maior, constituindo um problema ambiental devido as grandes áreas requeridas para disposição dos mesmos (FERREIRA *et al.*, 2016).

Durante a extração de minério de ferro, o processo de beneficiamento produz grande quantidade de rejeitos. Na China, aproximadamente 1,5 toneladas de IOT são geradas para uma tonelada de concentrado de minério de ferro (WANG, LI e XIN, 2000) citado por (LIU *et al.*, 2010). Segundo ZHANG, XUE e JIN (2004), na China, a produção anual do IOT atinge cerca de 180 milhões de toneladas, e está aumentando, com taxas aproximadas entre 6% a 8% por ano.

Na Índia, existe a necessidade de remoção e eliminação de 40-50 milhões de m<sup>3</sup> de resíduos da mineração por ano (YELLISHETTY *et al.*, 2008). De acordo com BAKULAMBA DEVI *et al.* (2015) são perdidas aproximadamente 10-12 milhões toneladas de IOT extraídas na forma de rejeitos ultrafinos, que possuem diâmetro inferior a 150 µm, que poderiam ser reaproveitados. DAS, KUMAR e RAMACHANDRARAO (2000) avaliaram que na Índia, a geração do IOT é estimada como sendo de 10-25% (em peso) de minério de ferro total lavrado, elevando-se assim para cerca de 18 milhões de toneladas por ano, que é armazenado em bacias de rejeito.

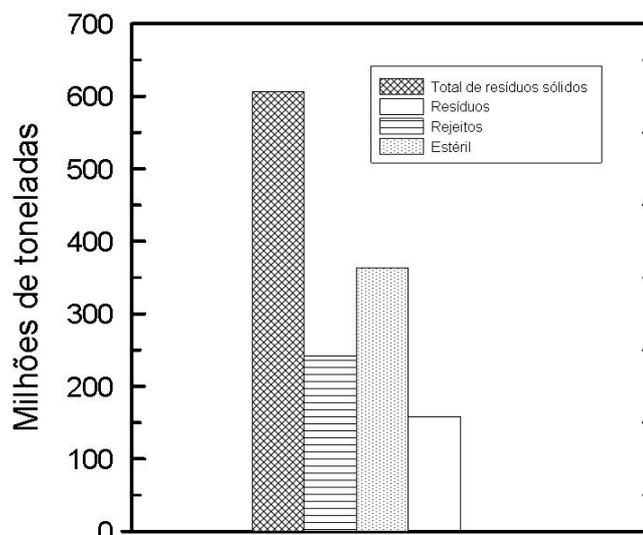
Da mesma forma, na Austrália Ocidental estima-se que cerca de 632 milhões de toneladas de rejeitos de minério de ferro são gerados a cada ano. Considerando o montante, pesquisadores afirmam que se o manejo sustentável desses rejeitos não for encontrado, poderá levar a efeitos adversos sobre o meio ambiente e a saúde humana (SANTOS *et al.* 2012).

No Brasil, dezenas de milhões de toneladas de rejeito de minério de ferro são geradas anualmente, o que corresponde a um grande passivo ambiental (DNPM, 2012). Em virtude disso, a realização do Inventário de Resíduos Sólidos da Mineração busca a aprimoramento da gestão de resíduos no Estado, em consonância com a Lei 18.031 de 12 de janeiro de 2009, dispõem sobre a Política Estadual de Resíduos Sólidos. Em escala federal, o inventário faz cumprir a Resolução do CONAMA nº313, de 29 de outubro de 2002.

O total de resíduos sólidos inventariados no estado de Minas Gerais, oriundos de grandes empresas de mineração, em 2016 (ano base 2015), foi de aproximadamente 606 milhões de toneladas. Este total foi subdividido em rejeitos, estéreis e resíduos, conforme a Figura 2.6.

Na atividade de mineração são gerados grandes volumes de dois tipos de resíduos, os estéreis e os rejeitos. Os estéreis são os materiais que escavados e movimentados durante as atividades de extração ou lavra no decapeamento e lavra da mina, não possuindo valor econômico e ficando geralmente dispostos em pilhas. Os rejeitos são resíduos resultantes dos processos de beneficiamento, sob a forma de polpa ou lama, ou seja, mistura sólido – água, que são dispostos em reservatórios, conhecidos como barragens de contenção (BRASIL, 2012; SILVA, VIANA, CAVALCANTE, 2011; FONTES, 2013).

Já os resíduos são materiais gerados pelas atividades humanas, e que muitas vezes podem ser aproveitados pela reutilização e/ou reciclagem. Na Figura 2.6 apresenta-se o resultado do inventário de resíduos sólidos (FEAM, 2016) no estado de Minas Gerais, os principais resíduos gerados foram: sucata de metais ferrosos (aço, aço inoxidável e manganês) e não ferrosos (cobre, bronze, alumínio), motores, corpos moedores, tambores, entre outros. Em segundo lugar aparecem os resíduos de madeira (lenha, resíduos de madeira contaminada ou não contaminada e casca de árvores), seguida de resíduos sanitários, em terceiro lugar.



**Figura 2.6: Total de resíduos (inclusive estéril e rejeito) inventariados no Estado de Minas Gerais em 2016 (ano base 2015) (FEAM, 2016).**

É importante mencionar que uma pequena quantidade de rejeitos de minério de ferro tem sido utilizada no mundo. Neste sentido, iniciou-se uma conscientização para mostrar a necessidade de fazer pleno uso do IOT como material alternativo, de modo que o volume de armazenamento fosse minimizado, trazendo assim, benefícios e proteção ao meio ambiente, como preservação dos recursos minerais e evitando riscos de falhas de barragens de rejeitos (LIU *et al.*, 2010; ZHANG *et al.*, 2006). ZHANG *et al.* (2006), enfatizam que a utilização em larga escala de resíduos é uma das mais potenciais formas de promover a eficiência da produção. Explorando o valor agregado dos produtos e aumentando o número de pesquisas sobre a utilização dos rejeitos de minério de ferro, será possível trazer benefícios econômicos e sociais.

Uma alternativa para potencializar o uso de recursos na economia é a economia circular (EC), que difere da tradicional economia, baseada no extrair, produzir, usar e descartar, sem levar em conta os custos e impactos ambientais e à saúde coletiva. O modelo circular considera os recursos naturais, bem como propõem resgatá-los num sistema regenerativo de produção, ou seja, materiais e recursos se mantêm na economia pelo maior tempo possível, retornando ao ciclo produtivo, mesmo que em outras cadeias produtivas. Na mineração, práticas podem ser acopladas a EC nas várias etapas do seu processo produtivo, como na exploração mineral com a quantificação de outros minerais

de interesse econômico além do alvo inicialmente motivador, na lavra mineral com o aproveitamento econômicos dos estéreis e no beneficiamento, com o aproveitamento dos rejeitos finos em outras atividades produtivas (DUTHIE, 2017).

### **2.2.2 Problemática da Disposição dos Rejeitos de Minério de Ferro**

Com a intensa industrialização, chegada de novas tecnologias, crescimento populacional e diversificação do consumo de bens e serviços, há uma crescente geração de quantidade de resíduos que se transformaram em graves problemas urbanos e ambientais, interferindo no meio natural, principalmente ao se tratar da extração da matéria-prima (ÂNGULO, ZORDAN, JOHN, 2001; LUZ, 2008).

Na atividade de mineração, grandes volumes e massas de materiais são extraídos, originados pelos processos de beneficiamento em que volumes são dispostos de forma direta sobre a superfície do terreno, em reservatórios, formando bacias de disposição conhecidas também como barragens de rejeitos (BOSCOV, 2008; PEIXOTO *et al.*, 2016). Deste modo, a disposição de rejeito mais utilizada no Brasil é a disposição em barragens, representando um sério risco se não forem adequadamente planejadas, operadas e mantidas (BRASIL, 2012).

Muitas vezes, o despejo de resíduos requer monitoramento constante para a estabilidade geotécnica e podem conter elementos químicos nocivos, que podem ser libertado para o ambiente, significando um sério problema do ponto de vista ambiental (SILVA, 2007; YELLISHETTY *et al.*, 2008).

Além dos problemas ambientais enfrentados na mineração, existe também os custos de movimentação e armazenagem dos resíduos, podendo representar uma perda financeira de uma empresa de mineração, estimado em aproximadamente 1,5 a 3,5% dos custos totais, dependendo do mineral a ser extraído (SYMONDS GROUP, 2001), citado por (YELLISHETTY *et al.*, 2008).

No Brasil, na região do quadrilátero ferrífero em Minas Gerais, sofre com as consequências da exploração mineral inadequada de séculos atrás, com a execução de práticas exercidas sem preocupações com os aspectos ambientais e sociais

(ENRÍQUEZ, 2009). Assim, o estado passou a ser considerado como uma região com alto índice de impactos ambientais e sociais, contrapondo sua posição de destaque no cenário brasileiro da produção mineral (GONELLA *et al.*, 2015).

Ademais, no município de Minas Gerais está havendo uma grande dificuldade de disponibilização de novas áreas para a disposição de rejeitos, devido à proximidade, cada vez maior de áreas residenciais, além disso, há uma dificuldade adicional para aprovação de licenciamentos de barragens em áreas superiores a 800 hectares (BAGINSK, 2009) citados por (GUIMARÃES, VALADÃO e PERES, 2012).

Deste modo, GUIMARÃES, VALADÃO e PERES, (2012) relatam que as preocupações ambientais envolvidas no processo de mineração e a pressão da opinião pública têm dificultado o licenciamento de novas áreas para a construção de barragens, estimulando a investigação de novos métodos de disposição.

### **2.2.3 Histórico de Falhas em Barragens de Rejeito**

Grandes volumes de rejeitos minerais são convencionalmente descarregados em depressões naturais ou artificiais, rodeado por barragens e diques que são críticos para a integridade estrutural da bacia de contenção. Infelizmente, ao longo dos anos têm ocorrido vários incidentes de falhas de barragens e o vazamento desastroso de rejeitos, que são muitas vezes resultado de condições meteorológicas extremas ou de desastres naturais (WISE URANIUM PROJECTO, 2017).

Construção de novas barragens e aumento de alturas de barragens para acomodar a super produção de rejeitos minerais é uma prática contínua de indústrias e precisam ser gerenciadas. De acordo com a Comissão Internacional de Grandes Barragens (CIGB) e do Programa Ambiental das Nações Unidas (UNEP), as principais causas de falhas e incidentes são a falta de controle do balanço hídrico e de controle e consistência da construção, devido à natureza progressiva dos rejeitos de construção da barragem e a falta de compreensão das características que contribuem para a segurança das operações (HERNANDEZ *et al.*, 2005). As falhas de barragens são o resultado de ambos os

problemas geotécnicos da estrutura de contenção e gestão dos rejeitos armazenados (JONES e BOGER, 2012).

Além do exposto, com a crescente exploração de jazidas com baixo teor metálico, e demanda cada vez maior, implica no aumento no volume de rejeitos gerados pelas atividades mineradoras, de tal maneira que é grande a necessidade de barragens cada vez maiores para a contenção dos rejeitos (HERNANDEZ *et al.*, 2005; GUIMARÃES, VALADÃO e PERES, 2012).

Segundo FRANCA (2009), estatisticamente a cada trinta anos as barragens de rejeito e cavas de mineração aumentam dez vezes de volume e dobram de altura ou profundidade. Proporcionalmente, aumenta também o risco do negócio. A grande preocupação neste caso está associada ao risco de ruptura das barragens. EDRAKI *et al.*, (2014) dizem que houve um aumento do nível de preocupação mundial sobre o destino dos rejeitos e as consequências irreversíveis de liberação de contaminantes através de poeira, infiltração de barragem de rejeitos, ou eliminação direta dos rejeitos nos cursos d'água.

De acordo com a Fundação Estadual do Meio Ambiente de Minas Gerais somente no estado de Minas Gerais existem 737 barragens de rejeito de mineração cadastradas no banco de declarações ambientais (BDA) (FEAM, 2016). No ano de 2016, das 724 estruturas cadastradas no BDA, 23 o auditor não conclui sobre a estabilidade pela falta de documentos técnicos e/ou de dados, e 14 não possuíam estabilidade garantida, ou seja, aproximadamente 5% das barragens apresentavam algum risco e necessitavam de intervenções para melhorar a estabilidade (FEAM, 2016).

No mundo, várias falhas de barragens já foram relatadas: em Ajka, na Hungria, a liberação sem precedentes de 700.000 m<sup>3</sup> de resíduos de bauxita, lama vermelha, em outubro de 2010 causou numerosas fatalidades, bem como terrenos agrícolas contaminados, assim como as nascentes e cursos d'água comprometidos (RUYTERS *et al.*, 2011).

Igualmente, em 2000, outro acidente considerado uma catástrofe foi em Baia Mare, na Roménia, onde uma falha da crista da barragem de minério de ouro de rejeitos antigos em função de fortes ventos e neve derretida resultou na libertação de 100.000 de

m<sup>3</sup> de líquido contaminado com cianeto, matando toneladas de peixes e contaminando a água potável de mais de 2 milhões de pessoas na Hungria (WISE URANIUM PROJECTO, 2017). A Europa ocupa o segundo lugar em acidentes em barragens (18%), desta forma, a preocupação pública sobre o risco e os impactos potenciais das barragens de rejeitos, inativas ou em operação, já existem (RICO *et al.*, 2008).

O maior desastre ambiental da história brasileira ocorreu em novembro de 2015, com o rompimento da barragem no município de Mariana, Minas Gerais, onde causou vazamento da lama de rejeito de mineração de ferro, que se espalhou pelo vale do Córrego do Fundão, galgou a Barragem de Santarém e alcançou o distrito de Bento Rodrigues, comovendo o Brasil e o mundo. Além do exposto, foram atingidos mais de 600 km de cursos d'água e comprometidos quase 1500 hectares de vegetação (BRASIL, 2015). Uma quantidade de 43,6 milhões m<sup>3</sup> de rejeito foi despejada, trazendo consequências ambientais, sociais, econômicas e humanas irreparáveis. Segundo informações da AGENCIA BRASIL (2015), apenas cinco acidentes com barragens de rejeitos excederam 10 milhões de m<sup>3</sup> de material lançados, até hoje, em todo o mundo.

Apesar de haver uma legislação, conhecimento e tecnologia disponíveis, as barragens de contenção de rejeitos ainda se rompem e causam prejuízos econômicos, sociais e ambientais (DUARTE, 2008). De acordo com MEIGRE (2016), já houveram acontecimentos similares ao acidente de Mariana (MG), em outras cidades do Estado de Minas Gerais, causando problemas ao ecossistema e à biodiversidade regional – No ano de 2007 ocorreu o rompimento de uma barragem de contenção de rejeitos de bauxita, na cidade de Miraf, em que se espalharam cerca de 2 milhões de m<sup>3</sup> de rejeito de bauxita por 4 municípios. No ano de 2003, outro grande desastre ambiental ocorreu atingindo a Zona da Mata mineira, a barragem em Cataguases se rompeu, vazando mais de um bilhão de litros de um licor negro (sobra industrial da produção de celulose), se espalhando por quase 100 km de rios e deixando mais de 600 mil pessoas sem água, causando estragos na região (DE SÁ, 2007). FRANCA (2009) menciona que no ano de 2001 a barragem de Rio Verde, também no estado de Minas se rompeu causando a morte de 05 pessoas.

**Tabela 2.1: Estatística de rupturas em barragens de rejeito.**

<b>Ano</b>	<b>Barragem/ Localização</b>	<b>Tipos de rejeito</b>	<b>Vítimas Fatais</b>
1972	Buffalo Creek, West Virginia, EUA	Lama de carvão	
1981	Tyrone, New Mexico, USA	Ferro	0
1985	Stava, Itália	Fluorita	269
1986	Huangmeishan, China	Ferro	19
1986	Itabirito, Minas Gerais, Brasil	Ferro	0
2000	Baia Mare, Roménia	Cianeto	0
2001	Nova Lima, Minas Gerais, Brasil	Ferro	5
2007	Taoshi, China	Ferro	254
2010	Ajka, na Hungria	Alumínio	4
2003	Rio Pomba-Cataguases, Minas Gerais, Brasil	Lignina e sódio	0
2007	Rio Pomba, Minas Gerais, Brasil	Ferro	0
2014	Herculano, Minas Gerais, Brasil	Ferro	3
2015	Fundão, Minas Gerais, Brasil	Ferro	17
2017	Tonglvshan Mine, China	Cobre, ouro, prata e ferro	3

Desta maneira, devido a importância do tema, em 2010 foi sancionada a Lei nº 12.334, que estabelece a Política Nacional de Segurança de Barragens. Existe uma forte relação entre os preceitos da Lei nº 12.305/2010, que instituiu a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), as ações previstas no Plano Nacional de Mineração 2030, e outras normativas, como a supracitada Lei nº 12.334/2010, que estabeleceu a Política Nacional de Segurança de Barragens. Esta articulação entre as normas legais ocorreu para se materializar nas ações, projetos, programas e metas do Plano Nacional de Resíduos Sólidos (BRASIL, 2012).

Apesar da Lei que regulamenta a Política Nacional de Segurança de Barragens ter sido implementada, ainda houveram acidentes decorrentes de falhas em barragens. A dificuldade está na falta de vistorias pelas entidades federais e estaduais nas barragens brasileiras, permitindo concluir o alto risco de ameaças à segurança das barragens, indicando assim, dano potencial e consequências graves. No entanto, com a ocorrência

de transtornos acidentais, como por exemplo, o rompimento da barragem de rejeitos da lama de minério de ferro de Fundão, levou-se a uma maior pressão da sociedade e ao incentivo das agências ambientais a aumentar a pressão para aplicação e manutenção de técnicas seguras de operação das barragens, bem como adequada destinação dos seus resíduos.

#### **2.2.4 Propriedades e Características do Rejeito de Minério de Ferro**

Os rejeitos de minério de ferro se acumulam durante anos em uma barragem de rejeito, e permanecem após a extração por anos (YELLISHETTY *et al.*, 2008). Esta disposição indiscriminada e acelerada constitui-se numa grande preocupação ambiental (SAKTHIVEL *et al.*, 2010). As características dos rejeitos variam em função do material lavrado e dos processos empregados no beneficiamento do mesmo. Além disso, podem variar, na área de disposição/barragem, em função da distância do descarte (NOCITI, 2011).

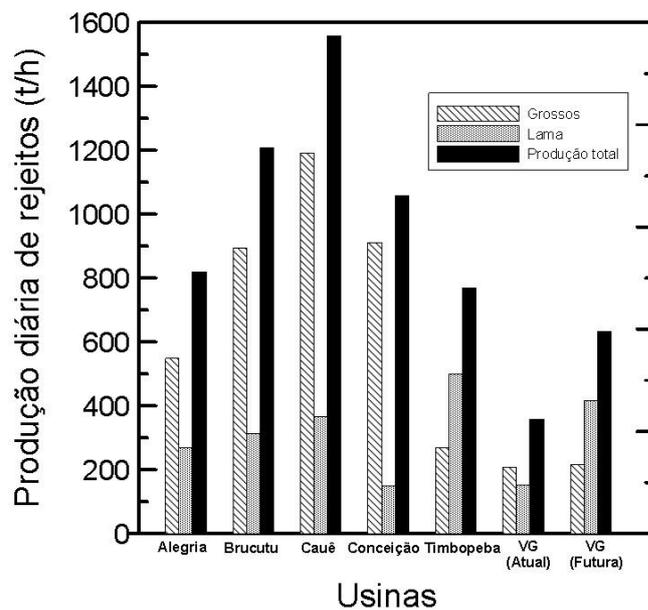
No processo de beneficiamento é gerada uma fração de rejeito, que inclui partículas grossas e finas, sendo normalmente dispostas em dique ou barragens (ROCHA, 2008). Uma característica comum encontrada nas barragens brasileiras é a de apresentar uma grande quantidade de lama (MACHADO, 2007). As características físicas e químicas das lamas de IOT dependem basicamente do processo industrial, das operações cominuição de britagem e moagem e dos constituintes da água do processo (GHOSE e SEN, 2001).

Segundo ARAÚJO (2006), a constituição dos rejeitos é caracterizada pela presença de duas fases: sólida e líquida (quando o beneficiamento for a úmido). Estes rejeitos ficam dispostos debaixo d'água em barragens de contenção de rejeitos, como suspensões contendo de 30% a 50% de sólidos em peso (HERNANDEZ *et al.*, 2005). Sob o mesmo ponto de vista, ARISTIMUNHO e BERTOCINI, (2012) mencionam que segundo análise da empresa Urucum Mineração SA, o rejeito em forma de lama é constituído de cerca de 40% de materiais sólidos e 60% de água.

MARTINS e BORGES (2002) menciona que cerca de 20% da alimentação diária são despejadas em bacias de rejeitos sob a forma de lamas, que possuem teores de ferro mais elevados e de sílica inferiores aos da alimentação. O aproveitamento desse

material é muito interessante para sua utilização na pelletização, agregados para concreto e argamassa, aditivos do cimento Portland, material para indústria cerâmica, como materiais para o setor de pavimentação, devido a sua granulometria adequada. Além disso, haveria uma diminuição do volume de material a ser depositado em bacias de rejeitos, amenizando um problema ambiental, bem como para o aumento da vida útil das jazidas.

A Figura 2.7 apresenta a relação da produção de rejeitos (toneladas/hora) da empresa Vale, em Minas Gerais. Como exemplo, a usina de Brucutu gera cerca de 1200 t/h de rejeitos, sendo que 73% são de rejeitos de partículas grossas e 27% são das lamas, no entanto, vale mencionar que os dados mostram que a lama possui uma concentração de ferro 50% a mais que os rejeitos “grossos”. MACHADO (2007) diz que o rejeito de lama é constituído principalmente de argilo-minerais ou de outros minerais advindos de processos geológicos de alteração, apresentando partículas de tamanhos finos, ultrafinos e colóides.



**Figura 2.7: Produção diária de rejeitos nas principais usinas de beneficiamento de minério de ferro da Vale (FRANCA, 2009).**

O rejeito de minério de ferro (IOT) é composto principalmente de óxidos de silício ( $\text{SiO}_2$ ), de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), de cálcio ( $\text{CaO}$ ), de ferro ( $\text{Fe}$ ), de manganês ( $\text{Mn}$ ), de enxofre ( $\text{S}$ ), de fosfatos ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) e algumas composições de metais pesados (YANG

*et al.*, 2014). Segundo GI REPORT (1987) citado por GHOSE e SEN (2001) os constituintes químicos dos rejeitos processados incluem Fe, SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A composição mineralógica é de quartzo e hematita, 35 e 60-65%, respectivamente. HUANG *et al.*, (2013) também mostram que os IOTs são compostos principalmente de sílica, alumina e óxido de ferro.

ARAÚJO (2006) menciona que as características químicas dos rejeitos variam de acordo com o mineral de interesse e as substâncias químicas envolvidas no processo de extração dos metais. Neste sentido, a Tabela 2.2 apresenta os resultados das análises químicas de amostras de rejeitos encontrados por diversos autores no QF.

**Tabela 2.2: Composições químicas de diferentes amostras de rejeito de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero em Minas Gerais.**

Compostos (%)	Massa (%)					
	De Oliveira, 2006	Gomes, 2009	Guimarães, 2011	Guimarães, 2011	Andrade, 2014	Peixoto <i>et al.</i> , 2016
SiO <sub>2</sub>	27,61	62,70	6,36	24,06	44,47	7,12
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,09	0,61	7,23	6,41	5,49	
CaO				5,79		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	42,03	24,97	52,46	43,83	49,49	92,32
SO <sub>3</sub>						0,41
Mn			0,216	1,552		
Outros	0,069	0,016	0,224	0,075	0,55	0,15
Perda ao fogo	3,91	0,94	9,37	3,61		7,8

Na indústria da mineração utiliza-se a seguinte classificação para os rejeitos: rejeitos grossos ou granulares, maiores do que 50 µm; rejeitos finos, com diâmetro abaixo de 50µm e lamas ou rejeitos ultrafinos, constituídos por partículas menores do que 10µm (WOLFF, 2009). Conforme a natureza do minério e a forma como o beneficiamento é realizado, o rejeito pode assumir o aspecto de material arenoso não

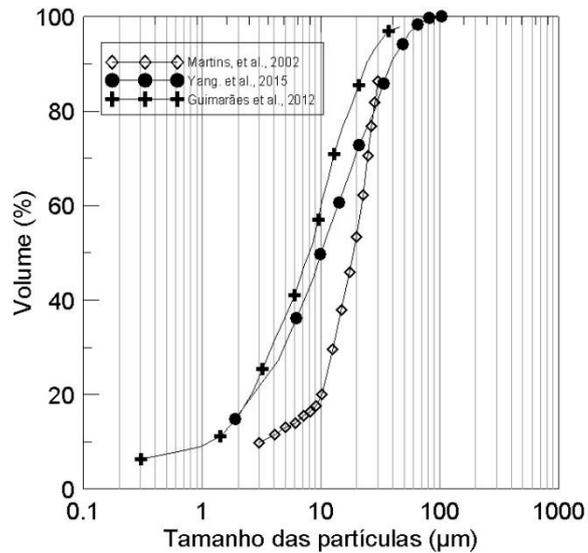
plástico, rejeitos granulares, ou de material de granulometria fina e alta plasticidade, as lamas (PINTO, 2013). Segundo ARAÚJO (2006) o tamanho das partículas de rejeito se encontra tipicamente na faixa de partículas de areias finas e siltes, depende do jazimento e do processo de beneficiamento.

CASTRO (2002) relata que as partículas entre  $40\mu\text{m}$  e  $10\mu\text{m}$  comportam-se como partículas ultrafinas. Já as partículas menores que  $10\mu\text{m}$  têm alguns aspectos semelhantes aos colóides, como alteração e influência na dispersão da polpa, interações extensas entre essas partículas e as fases aquosa e gasosa presentes no processo.

LIMA (2007), citado por WOLFF (2009) comenta que as lamas se classificam por partículas ultrafinas, colóides e super colóides, portanto, com tamanho menor do que  $5\mu\text{m}$ .

Por sua vez, HUANG *et al.*, (2013) ressaltaram que o tamanho médio dos IOTs é aproximadamente  $5\mu\text{m}$  e 90% das partículas têm diâmetro menor do que  $40\mu\text{m}$ . O trabalho desenvolvido por ROCHA (2008) mostrou com a caracterização das lamas que a análise granulométrica que 85,97% da amostra possuem diâmetro menor de  $7,1\mu\text{m}$ . Já os resultados de MARTINS e BORGES (2002) mostraram na análise granulométrica que aproximadamente 12, 6% da lama eram compostas por partículas de tamanho menor que  $5\mu\text{m}$ .

Na Figura 2.8 são apresentadas distribuições granulométricas de IOT obtida por alguns autores. As lamas estudadas por MARTINS *et al.*, (2002) e GUIMARÃES VALADÃO e PERES (2012) são amostras de rejeito provenientes de uma das mineradoras da região do quadrilátero ferrífero. Por outro lado, YANG, CUI e QIN (2015) estudaram amostra de rejeito proveniente de Jiangsu na China. Assim, verifica-se que lamas de locais distintos podem possuir curvas granulométricas parecidas.



**Figura 2.8: Distribuições granulométrica adaptada de MARTINS e BORGES, 2002; GUIMARÃES, VALADÃO e PERES, 2012; YANG, CUI e QIN, 2015.**

Diante do exposto, ROCHA (2008) ressalta que estes materiais de granulometria mais fina que são descartados para o meio ambiente, podem hoje ser um produto rentável. Cada vez mais, inovações tecnológicas têm que ser desenvolvidas para o aproveitamento desses materiais. Igualmente, DAVE, LAWRENCE e PENNOCK, (2003) relatam que partículas com tamanho da ordem de micrômetros, quando incorporadas às misturas cimentícias, melhoram o empacotamento dos grãos e funcionam como sítios de nucleação que favorecem a hidratação do cimento, consequentemente otimizando as propriedades da interface e as propriedades mecânicas e de durabilidade do material.

### **2.2.5 Iniciativas para Destinação dos Rejeitos – Panorama Mundial**

A crescente preocupação com a conservação ambiental tem levado cada vez mais ao aproveitamento de rejeitos de mineração, quer pelo emprego de novas tecnologias de beneficiamento dos minérios de teores mais pobres ou pela utilização dos mesmos para outras aplicações (GOMES, 2009). A preocupação com a preservação do meio-ambiente, combinada com a falta de algumas matérias-primas, está impulsionando

as pesquisas para reutilização ou adição dos rejeitos em processos industriais (NOCITI, 2011).

A fim de minimizar os problemas criados pelos rejeitos da mineração, iniciou-se o desenvolvimento de pesquisas visando contribuir para minimizar os impactos negativos ambientais associados ao gerenciamento complexo e oneroso dos resíduos da mineração de ferro, além de encontrar soluções rentáveis e eco-compatíveis para estes resíduos (BANDOPADHYAY *et al.*, 2002; JOHNSON *et al.*, 1992) citado por (UGAMA, EJEH, e AMARTEY, 2014).

De certo, uma área potencial de aplicação é explorar sua utilização na construção civil. Isto porque existe um maior potencial neste setor, onde os resíduos reciclados poderiam ser utilizados como materiais de construção (SHETTY, NAYAK, e VIJAYAN, 2014; YELLISHETTY *et al.*, 2008).

De acordo com YANG *et al.* (2014), a utilização de rejeitos na produção de novos materiais de construção, pode trazer alternativas com zero emissão de rejeitos e também oferecer novas alternativas de matérias-primas para a área de construção civil.

Acrescenta-se que para verificação da possibilidade do aproveitamento destes rejeitos faz-se necessária a caracterização tecnológica dos mesmos (caracterização mineralógica, granulométrica, química e ensaios tecnológicos específicos para um determinado emprego) (REIS, 2005). BAI, CAI e FENG, (2011) afirmaram que as partículas finas de rejeito de minério de ferro com menos de 75µm são benéficas para a redução da expansão induzida pela reação álcali sílica (ASR) em concreto e argamassa.

Se rejeitos de minas são considerados para substituição parcial ou completa dos agregados naturais em concreto, a maioria destes resíduos poderia ser reciclada e utilizada de forma sustentável, transformando esses rejeitos de mineração em recurso útil e proporcionando alternativas mais baratas na produção de concreto (UGAMA, EJEH, e AMARTEY, 2014; KURANCHIE *et al.*, 2015).

Na Índia, a fim de reduzir os efeitos adversos do impacto da mineração indiscriminada de areia natural, rejeitos de minério de ferro são utilizados como uma alternativa para a areia de rio na fabricação de concreto (BAKULAMBA DEVI *et al.*, 2015).

Na Nigéria foram estudadas as características de resistência e controle do concreto feito com rejeito de minério de ferro, além disso, determinou-se o teor ideal da substituição da areia pelo resíduo de minério de ferro adequado para utilização como agregado fino para pavimento rígido. Conclui-se que a utilização bem-sucedida de IOT como agregado miúdo pode transformar esse material residual em recursos valiosos, reduzindo a pressão sobre o fornecimento de areia natural e gerando redução de custos na produção de concreto (UGAMA, EJEH, e AMARTEY, 2014).

Na Austrália, YELLISHETTY *et al.* (2008) relataram que compostos de ferro têm o potencial de acelerar a hidratação do cimento, e estes poderiam ser o principal fator para melhorar a resistência a compressão observada nos agregados de concreto contendo rejeitos de minério de ferro. O trabalho desenvolvido por KURANCHIE *et al.*, (2015) buscou agregar valores aos resíduos, dizendo que a utilização de rejeitos de minério de ferro disposta poderia ter efeitos positivos sobre o ambiente, pois a quantidade de rejeitos de minério de ferro poderia ser reduzido enormemente. Os autores concluíram que os rejeitos de minério de ferro podem ser utilizados para substituição completa dos agregados convencionais em concreto, tornando as operações das empresas de minério de ferro mais sustentáveis na Austrália.

Nos Estados Unidos uma pesquisa realizada pela Universidade West Virginia desenvolveu um processo para fabricação de tijolos de construção e outras unidades estruturais com rejeitos. A Colorado School of Mines conduziu investigações destinadas a fabricação de tijolos de construção a partir de diferentes pilhas de rejeitos de mineração e de usinas localizada ao longo do Colorado (MOVING AND HERALD, 1967) citado por (YELLISHETTY *et al.*, 2008).

Rejeitos de minério de ferro são considerados um tipo comum de resíduos sólidos perigosos na China e tem causado sérios problemas ambientais, em virtude disso, ZHAO, FAN e SUN. (2014) utilizaram rejeitos de minério para substituir agregado natural para preparar concreto de ultra alto desempenho (UHPC), sob dois regimes de cura. Os pesquisadores chegaram à conclusão que o rejeito estudado é inerte e seu tamanho médio era muito maior que do cimento, o que viabilizava ser utilizado como agregado fino para produzir UHPC.

Igualmente, na China, HUANG *et al.* (2013) exploraram a viabilidade da utilização de rejeitos de minério de ferro para desenvolver compósitos cimentícios de

engenharia mais verde. Concluíram-se que, com teor de cimento 117,2 – 350,2 kg/m<sup>3</sup>, a resistência à tração foi de 5,1- 6 MPa e resistência à compressão foi de 46-57 MPa aos 28 dias.

Na Índia, GIRI, DAS e PRADHAN (2011) e SAKTHIVEL *et al.* (2010) sintetizaram magnetita em pó a partir do rejeito. A magnetita obtida apresentou potencial para uso em várias aplicações industriais (áreas eletrônicas, química, mineral, biomédica, dentre outras), conseqüentemente agregando valor ao rejeito. PRAKASH *et al.* (1999) mostraram ser possível a recuperação dos finos de hematita presentes na lama do minério de ferro indiano usando a técnica de recobrimento magnético. PAL, SAMANTA e RAY. (2010) usaram tratamento químico e extração eletrolítica para recuperar o ferro tornando-o compatível para uso em alto forno e diretamente na produção de aço, respectivamente.

FONTES (2013) ressalta que estudos realizados em diferentes locais no Brasil também apontam resultados satisfatórios no que diz respeito a utilização de rejeitos de mineração de ferro como materiais de construção. BERTOCINI e ARISTIMUNHO (2012) avaliaram a aplicação do rejeito de minério de ferro na forma de pó em argamassa, em diferentes proporções. Ensaio como resistência à compressão, absorção de água, massa específica real e índice de consistência foram avaliados. Constatou-se que a resistência à compressão foi melhorada quando adicionado 8% de pó de minério de ferro ao traço de referência e quando se substitui 20% da areia.

Como forma de minimizar potenciais impactos das barragens e reaproveitamentos de materiais que irão reduzir a demanda por recursos naturais primários, autores como PEIXOTO (2016), ANDRADE (2014), COSTA, GUMIERI e BRANDÃO (2014), FONTES (2013) e COELHO (2008) também avaliaram as perspectivas para o reaproveitamento de rejeitos da mineração de ferro como materiais da construção civil.

## 2.3 MATERIAIS CIMENTÍCIOS

### 2.3.1 Cimento Portland

O cimento é um material que possui propriedades adesivas e coesivas, com a capacidade de unir fragmentos minerais na forma de uma unidade compacta (NEVILLE, 2016), eles pertencem à classe de materiais denominados aglomerantes hidráulicos, ou seja, compreende aquelas substâncias que endurecem uma vez misturadas com a água e resistem a esta com o passar do tempo (KIHARA, 1983) citado por (LIMA, 2006).

A ASTM C 150<sup>1</sup> também define o cimento Portland como um aglomerante hidráulico dado pela moagem do clínquer, que consiste de silicatos de cálcio hidráulicos, comumente com uma ou mais formas de sulfato de cálcio como um produto de adição.

Os constituintes principais do cimento provêm da mistura de materiais calcários, como rocha calcária ou gesso, e das argilas ou xisto, de onde obtêm a alumina, a sílica e também, em menores concentrações, óxidos de ferro (MEHTA e MONTEIRO, 1994; NEVILLE, 1997). Portanto, os componentes químicos principais do cimento Portland são a cal (CaO) – 60% a 67%, sílica (SiO<sub>2</sub>) – 17 % a 25 % a alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – 3 % a 8% e óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) – 0,5 % a 6 % (LIMA, 2006).

O processo de fabricação do cimento Portland consiste na moagem e subsequente mistura das matérias-primas, sua queima em grandes fornos rotativos, até uma temperatura de aproximadamente 1.450 °C. Devido à alta temperatura o material é sinterizado e parcialmente fundido, formando pelotas em forma de esferas, conhecidas como clínquer. O clínquer é então resfriado e moído com uma pequena adição de gesso (<3%) (CaSO<sub>4</sub>), resultando no cimento Portland comercial em todo o mundo (FREITAS, 2008; NEVILLE, 2016).

Após a queima das matérias-primas acima citadas para produção do clínquer, os compostos formados são mais complexos, conforme descrito abaixo. Estes produtos podem variar sua proporção de acordo com o tipo de cimento. Por isto, é sempre aconselhável realizar métodos que determinam a composição química do material.

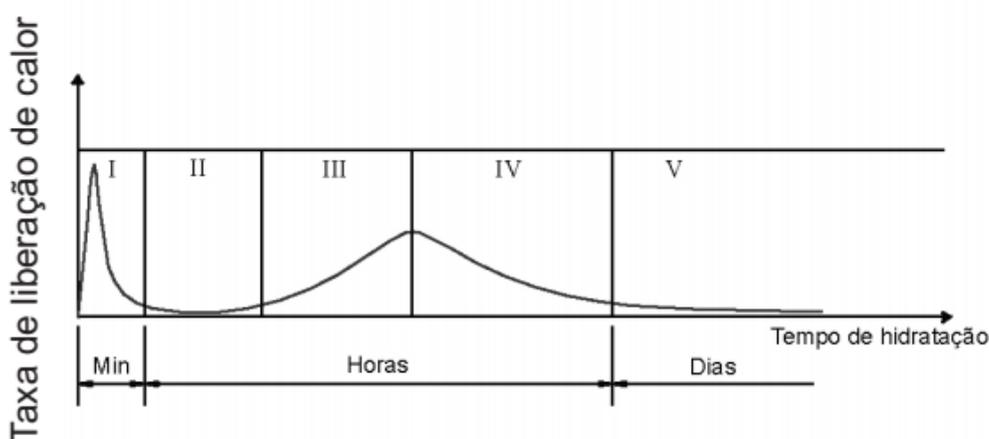
- Silicato tricálcico ( $C_3S$ ) – é o principal constituinte do cimento, é o que responde, após sua hidratação, pela sua resistência mecânica inicial (1 a 28 dias). Sua hidratação começa em poucas horas e seu calor de hidratação é inferior ao  $C_3A$ ;
- Silicato dicálcico ( $C_2S$ ) – reage lentamente com a água e libera baixa quantidade de calor. Sua hidratação contribui pouco para a resistência inicial, mas contribui significativamente com o aumento da resistência ao longo do tempo;
- Aluminato tricálcico ( $C_3A$ ) – reage rapidamente com a água e cristaliza-se em poucos minutos. É o constituinte do cimento que apresenta o maior calor de hidratação. Controla a pega inicial e o tempo de endurecimento da pasta, mas é o responsável pela baixa resistência aos sulfatos;
- Ferro-aluminato tetracálcico ( $C_4AF$ ) – é o componente que dará coloração cinzenta ao cimento, devido à presença de ferro. Este libera baixo calor de hidratação e reage menos rapidamente que o  $C_3A$ . Controla a resistência a corrosão química do cimento (LIMA, 2006).

Para que o cimento reaja, deve ocorrer a hidratação do cimento, ou seja, inicia-se a partir do contato dos grãos anidros do cimento Portland com a água. A heterogeneidade do material faz com que ocorram reações químicas entre os minerais do clínquer e a água. Esta interação física e química resulta na formação de hidratos, que, com o transcorrer do tempo, provocam mudanças físico-mecânicas do sistema, dando origem a uma massa firme e resistente, a pasta do cimento endurecida (NEVILLE, 1997; SOUZA, 2007).

Uma vez que o cimento Portland é composto de uma mistura heterogênea de vários compostos, estes se hidratam em diferentes velocidades, como exemplo temos que os aluminatos se hidratam mais rapidamente do que os silicatos (MEHTA e MONTEIRO, 1994). Importante dizer que o processo de hidratação depende do tipo e da granulometria do cimento, da relação água cimento, da temperatura de cura e da presença de aditivos químicos e minerais (GONÇALVES, FILHO e FAIRBAIN, 2006).

Segundo SOUZA (2007), o processo de hidratação do cimento se inicia após o contato do cimento com a água, período chamado de pré-indução, marcado por um grande sinal exotérmico, ou seja, ocorre grande liberação de calor (I), pela formação da etringita, que desacelera as reações de hidratação na etapa que se segue, chamada

período de indução ou dormência, quando uma baixa e constante quantidade de calor é liberada (II). Posteriormente, ocorre a retomada da aceleração da hidratação (período de aceleração), associada a uma forte evolução de calor (III). Finalmente, observa-se a desaceleração das reações de hidratação do cimento (período de desaceleração) e, portanto, o decréscimo da quantidade de calor liberada (IV e V), conforme apresentado na Figura 2.9.



**Figura 2.9: Fluxo de calor durante a hidratação do cimento pelo método de calorimetria (JOLICOEUR e SIMARD, 1998).**

### **2.3.2 A Indústria do Cimento e seus Impactos Ambientais**

Ao longo dos últimos anos, houve uma crescente preocupação mundial com a emissão de gases de efeito estufa, em especial com a liberação de gás carbônico (CO<sub>2</sub>) à atmosfera. Segundo o IPCC (2005) as principais fontes de CO<sub>2</sub> são provenientes de atividades industriais, como a produção de energia elétrica, a fabricação de cimento, refinarias, entre outras. As consequências relacionadas a este fenômeno podem ser verificadas nas mudanças relatadas nas condições climáticas, como acréscimos de temperatura, aumento do nível médio dos mares, fenômenos de desertificação e calamidades naturais (enchentes, furacões, ciclones), entre outros (GASDA, BACHU e CELIA, 2004; HUET, 2006; PIRI, 2005) citado por (DALLA VECCHIA, 2009).

BAKULAMBA DEVI *et al.* (2015) ressalta que entre os gases de efeito estufa, o CO<sub>2</sub> contribui com cerca de 65% do aquecimento global, sendo que a indústria cimentícia, sobretudo o processo de calcinação, é responsável por grande contribuição às emissões de gases de efeito estufa para a atmosfera terrestre, aproximadamente 7%.

Segundo dado publicado, a cada tonelada de cimento produzido, é liberado 0,8-1,0 t tonelada de CO<sub>2</sub> para a atmosfera. Desta forma, considerando que no ano de 2010 foi produzido 3.300,000 toneladas de cimento Portland, estima-se que no ano de 2050 a produção global alcance 5,5 bilhões de toneladas, podendo fazer com que a indústria cimentícia seja responsável por 30% do total das emissões de CO<sub>2</sub> (HOOTON e BICKLEY, 2014; TOLEDO FILHO, 2003).

No ano de 2016 a produção de cimento no mundo foi de 4,2 bilhões de toneladas, o Brasil foi o 7º maior produtor, com uma produção de 57,4 milhões de toneladas (USGS, 2017). Segundo o Sindicato Nacional da Indústria do Cimento, a produção nacional no ano de 2016 foi de 57.475.901 toneladas, sendo só o sudeste responsável por 26.726.388 toneladas, representando 45,9 % da produção do Brasil (SNIC, 2017).

O setor da construção civil brasileira contribui consideravelmente na geração de impactos ambientais, sendo considerado como um dos setores da economia que gera maior impacto negativo sobre o ambiente natural (GRIGOLETTI e SATTLER, 2003). SOARES (1998) menciona que a indústria cimentícia possui um intenso consumo de energia no seu processo de produção e constitui-se num dos grandes contribuintes às emissões de CO<sub>2</sub>. Além disso, JOHN (2000) relata que a construção utiliza entre 20 a 50% do total de recursos naturais consumidos pela sociedade.

Na produção do cimento, gases do efeito estufa (GEE) provêm tanto de processos industriais quanto do processo de queima de combustível (FAIRBAIRN *et al.*, 2010). Nos processos industriais, a geração dos gases ocorre por meio do processo de calcinação/descarbonatação do calcário, para se obter o óxido de cálcio (CaO). Em se tratando de uma escala mundial, cerca de 90% das emissões de CO<sub>2</sub> oriundas da fabricação de cimento ocorrem durante a produção de clínquer, do processo de descarbonatação e combustão interna no forno. Os outros 10% restantes resultam do transporte de matérias-primas e das emissões indiretas pelo consumo de energia elétrica na fábrica, etc. (BRASIL, 2012).

O consumo crescente de cimento, decorrente do desenvolvimento do país, tem direcionado o setor para uma racionalização do uso de recursos não renováveis. A fim de atenuar pressões ambientais e atingir a sustentabilidade, MEHTA e MONTEIRO (2006) defendem que uma viável solução é a reutilização de resíduos como recursos secundários. Neste mesmo contexto, WBCSD (2003) citado por DEMANBORO, FERRÃO e MARIOTONI, (2004) mencionam que a indústria do cimento está consciente das pressões que exerce ao meio-ambiente, estando engajada em desenvolver produtos alternativos que permitam sua permanência em longo prazo.

Dados publicados pelo Relatório da Indústria Brasileira de Cimento (2012) mostram que medidas têm sido adotadas pelo setor para melhoria de seus processos produtivos, incluindo monitoramento e inventários das emissões, programas de melhoria da eficiência energética e uso de adições e de combustíveis alternativos. Deste modo, pode-se afirmar que os cimentos com adição representam, ainda, uma solução ambientalmente adequada para os subprodutos de outros processos produtivos, contribuindo com a redução de passivos ambientais (CNI, 2012).

A produção de cimentos com adições, feitos com aproveitamento de subprodutos de outras atividades e matérias-primas alternativas, é desenvolvida de forma pioneira há mais de 50 anos no país, prática que vem sendo seguida hoje em todo o mundo, sempre mantendo a qualidade do produto e atendendo às especificidades da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) (SNIC, 2012).

Sabe-se que a construção civil possui uma enorme parcela nos números econômicos e geração de empregos, o que torna o setor muito importante para a economia (STACHERA JR, 2008), além de ser considerado um cenário importante nacional e internacionalmente. Mediante o exposto, é imprescindível que haja a criação de mecanismos de incentivos à pesquisa de novas tecnologias e uma política industrial atrelada a esses objetivos pode contribuir para a redução dos níveis de geração de CO<sub>2</sub>.

Conclui-se que medidas alternativas para o setor da construção civil, em busca da sustentabilidade ambiental, vem sendo cada vez mais adotadas, pois, além de propiciar uma redução significativa das emissões de CO<sub>2</sub>, também reduzirá a exploração dos recursos naturais por meio da utilização adequada dos resíduos como matéria prima.

### 2.3.3 Sobre o Papel do *Filler* na Composição do Cimento

O *filler* é considerado um material inerte, finamente dividido, e fica retido cerca de 65% na peneira de malha quadrada com abertura de 0,075 mm (DNER, EM 367/97) (BARDINI, 2008). SOARES (2010) define a adição com efeito *filler*, ou simplesmente *filler*, um material finamente dividido com o diâmetro médio próximo ao do cimento Portland, que, em decorrência da sua ação física, melhora algumas propriedades do concreto, quando em teores menores que 15% em relação à massa de cimento (MOTTA e LEITE, 2000; BARDINI, 2008).

O *filler* é uma adição mineral que pode ser material natural ou material inorgânico processado, porém devem ser caracterizados como um material inerte. A NBR 11578 (ABNT, 1991) limita o conteúdo de *filler* em 10% para os cimentos Portland composto com *filler*, exigindo que o material carbonático utilizado como *filler* possua no mínimo 85% de  $\text{CaCO}_3$  (ZERBINO, GIACCIO e ISAIA, 2011; FLORES, 2017).

Possui efeitos na densificação, ou como material de enchimento, dependendo da granulometria apresentada pelas partículas abaixo desse diâmetro, da forma e da natureza das partículas, o efeito *filler* é capaz de preencher os vazios de uma mistura de agregados graúdos e miúdos, pois contribui para o fechamento dos vazios entre partículas, contribuindo assim para o efeito no amolecimento e enrijecimento da mistura (MOTTA e LEITE, 2000).

Analogamente, segundo BARDINI (2008; 2013) o *filler* mineral é constituído de partículas minerais provenientes dos agregados graúdos e/ou miúdos empregados na mistura asfáltica, ou de outras fontes como, por exemplo, pó de calcário, cal hidratada, cimento Portland etc. que pode melhorar o comportamento reológico, mecânico, e de susceptibilidade térmica e de sensibilidade à água.

A adição do *filler* em materiais cimentícios melhora sua trabalhabilidade, aumentam a plasticidade sem aumentar o consumo de água, modifica o tempo de pega, reduz a exsudação e segregação, aumentam da resistência final e dá impermeabilidade,

devido ao refinamento dos poros, intensifica a resistência à ação do congelamento, melhora a resistência à fissuração térmica devido ao baixo calor de hidratação, resistem ao ataque por sulfato e minimiza a reação álcali-agregado e causa corrosão das armaduras. Por fim, a melhoria destas propriedades aumenta a durabilidade do material (POGGIALI, 2010). Igualmente, melhoram-se as propriedades, a resistência ao envelhecimento, a massa específica, a permeabilidade, a exsudação e a tendência à fissuração (BARDINI, 2008; SOARES, 2010).

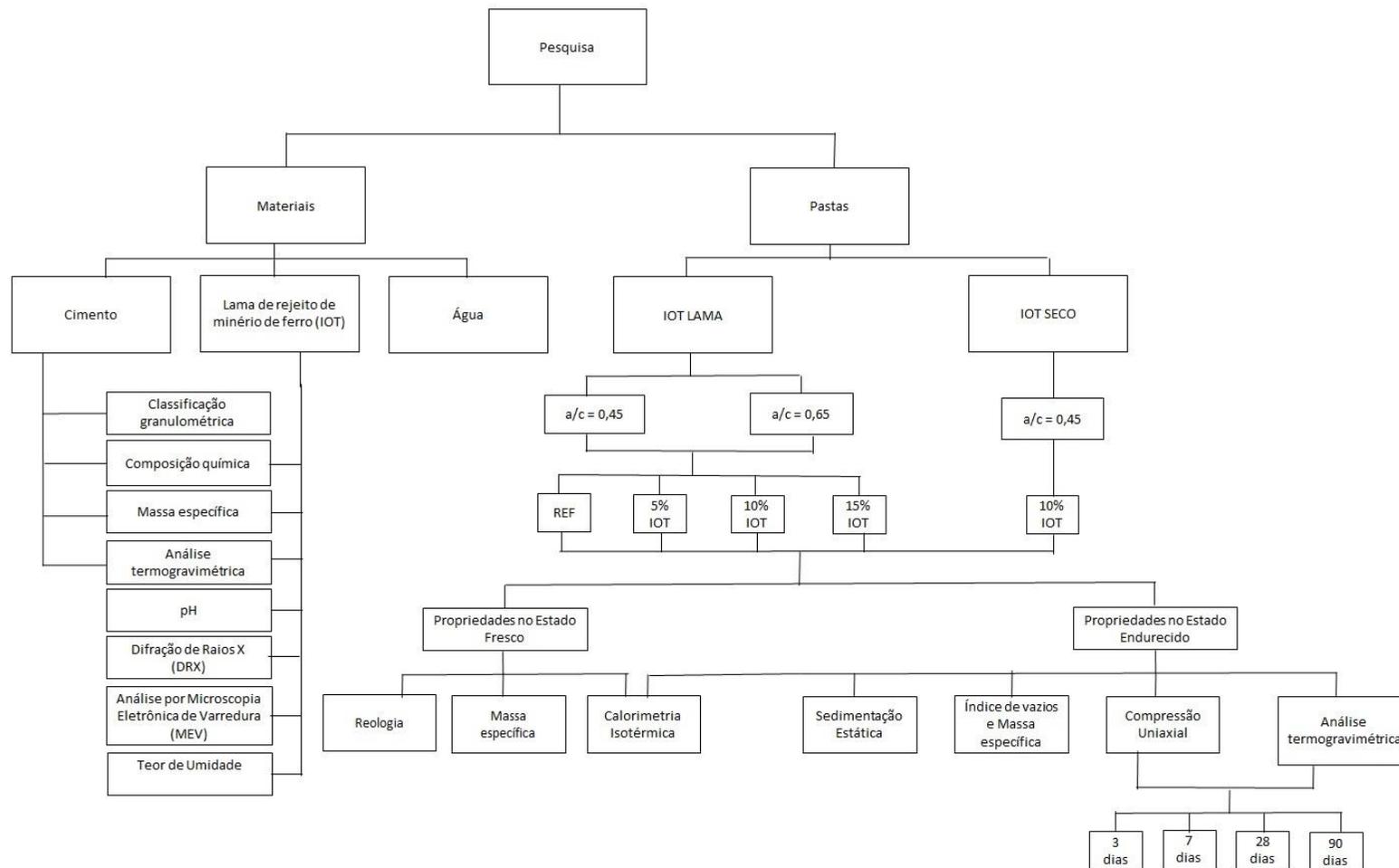
AASHTO (1991) citado por BARDINI (2008) mostra que um *filler* ultrafino, com uma porcentagem significativa de material menor que 20 $\mu$ m, a até com alguma porção menor que 5 $\mu$ m, pode atuar muito mais no próprio ligante, compondo um filme de ligante. Partículas com tamanho da ordem de micrômetros, quando incorporadas às misturas cimentícias, melhoram o empacotamento dos grãos e funcionam como sítios de nucleação que favorecem a hidratação do cimento (LAWERENCE *et al.*, 2003), consequentemente otimizando as propriedades da interface e as propriedades mecânicas e de durabilidade do material.

Em suma, adições minerais estão sendo empregadas em conjunto com o cimento com a finalidade de melhorar as propriedades físico-mecânicas, a durabilidade das matrizes cimentícias (LAWERENCE *et al.*, 2013). FLORES (2017) salienta que adições minerais podem trazer benefícios econômicos e ambientais, com a redução do consumo de clínquer, reaproveitamento de resíduos e do consumo energético na fabricação do cimento Portland.

## Capítulo 3

### **3. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL**

A presente pesquisa foi dividida em três fases: na primeira fase realizou-se a caracterização físico-química dos materiais utilizados para produção das pastas; na segunda etapa foi realizada as dosagens das pastas e, na terceira fase, confeccionou-se as pastas e realizou-se os diferentes ensaios com objetivo de avaliar a influência da substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro no estado fresco e endurecido (ver diagrama de blocos na Figura 3.1)



**Figura 3.1: Programa experimental visando o estudo do comportamento físico-químico-mecânico de pastas de cimento com substituição do rejeito de minério de ferro.**

## **3.1 MATÉRIAS PRIMAS PARA PRODUÇÃO DAS PASTAS**

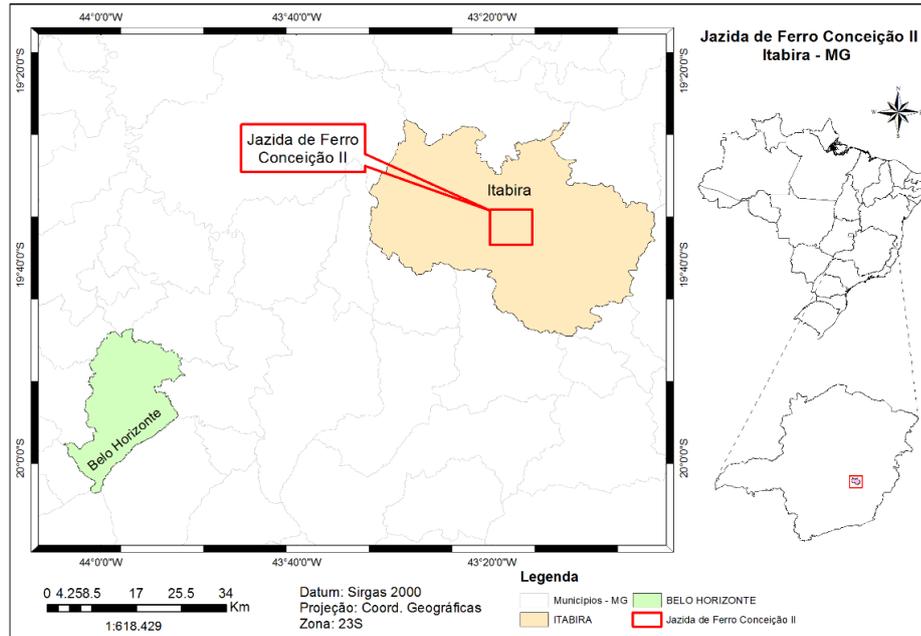
### **3.1.1 Rejeito de Minério de Ferro**

#### *3.1.1.1 Procedência da Amostra de Rejeito*

A amostra do rejeito do minério de ferro utilizado na pesquisa é uma lama proveniente da etapa da deslamagem, da unidade produtiva de beneficiamento de minério de ferro da empresa VALE, Conceição II. A jazida de minério de ferro de Conceição II está localizada no complexo ferrífero de Itabira, na região do Quadrilátero Ferrífero, situado a cerca de 100 quilômetros de Belo Horizonte, no estado de Minas Gerais, Brasil (ver Figura 3.2).

O Quadrilátero Ferrífero localiza-se na região central do Estado de Minas Gerais, onde possui uma área com aproximadamente 7.160 km<sup>2</sup>, de grande importância do ponto de vista econômico e ambiental, sendo suas reservas de minério de ferro avaliadas em aproximadamente 29 bilhões de toneladas. Além de abrigar grandes mineradoras de ferro, no Quadrilátero Ferrífero também estão presentes empreendimentos de mineração de inúmeros outros tipos de rochas e substâncias minerais. Trata-se de uma das mais importantes províncias minerais produtivas do país e a mais conhecida em termos geológicos (COSTA, GUMIERI e BRANDÃO, 2014).

A Figura 3.2 ilustra a localização da barragem de minério de ferro de Conceição II. A figura foi produzida por meio de imagem satélite utilizando a Projeção de Coordenadas Geográficas, DATUM, e utilização do Sistema de Referência Geocêntrico para as Américas - SIRGAS 2000.



**Figura 3.2: Localização da jazida de minério de ferro Conceição II, Minas Gerais.**

### 3.1.1.2 Homogeneização e Quarteamento da Amostra

Após o recebimento da amostra, em lama/polpa, foi realizada a homogeneização do material em uma bombona de 30L. A homogeneização inicial foi feita com o uso de uma furadeira e uma haste comprida de duas hélices, com intuito de alcançar o fundo da bombona. O tempo de homogeneização foi de aproximadamente 1 hora, até que toda a lama sedimentada fosse colocada em suspensão. A Figura 3.3 apresenta como foi realizada esta etapa.



(a)



(b)

**Figura 3.3: (a) Homogeneização vedada com auxílio da Furadeira Bosch; (b) Aproximação da homogeneização realizada;**

Para uma melhor eficácia no processo, foi realizada uma segunda homogeneização, com auxílio de um agitador mecânico de fabricação da empresa *Fisatom* modelo 715, a uma rotação a 2000 rpm durante 15 minutos (Figura 3.4).



**Figura 3.4: Homogeneização da lama de rejeito com auxílio do agitador mecânico *Fisatom* modelo 715.**

Após a homogeneização, procedeu-se a retirada de uma amostra e secagem de parte da lama em uma estufa na temperatura de 60°C até alcançar a constância de massa. Após a secagem foi realizada a desagregação da amostra com um gral de ágata e pistilo. Em seguida, com a amostra desagregada, porém, com ainda pequenos aglomerados, conduziu-se o peneiramento do rejeito na peneira de 300  $\mu\text{m}$ .



(a)



(b)

**Figura 3.5:(a) Amostra de rejeito de minério de ferro segregada; (b) Desagregação manual na peneira de 300 $\mu\text{m}$ ;**

A Figura 3.6 apresenta a amostra de rejeito desagregada após peneiramento. Com a amostra preparada prosseguiu-se com o processo de homogeneização e subsequente quarteamento. A homogeneização foi feita com auxílio de uma folha de papel ampla, onde foi realizado movimentos em todas as direções da folha, conforme ilustra a Figura 3.7.



**Figura 3.6: Amostra da lama de Conceição desagregada.**



(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 3.7: (a) Início do processo de homogeneização do rejeito de minério de ferro; (b),(c),(d) Etapas do processo de homogeneização realizando movimentos em diversas direções da folha.**

Na sequência se iniciou a formação de uma pilha distribuindo todo rejeito homogeneizado. Com a primeira pilha formada retirou-se a ponta e distribui-se o rejeito por toda a pilha novamente. Em seguida quarteou-se a pilha em diferentes amostras para dar início a caracterização do rejeito de minério de ferro (Figura 3.8).



**Figura 3.8: Formação da pilha para realizar o quartejamento do rejeito de minério de ferro.**

Por último, o rejeito seco foi armazenado em pequenos sacos de 100g cada, lacrados, e estocados para posterior utilização.

### **3.1.2 Cimento Portland**

Durante toda a pesquisa foi utilizado o cimento Portland CP V – ARI Ultra Rápido Holcim, produzido pela empresa Lafarge Holcim. Este cimento é feito de clínquer com eficiência superior mais adição de gesso (95-100%), adição de material carbonáceo (0-5%), e apresenta peculiaridade de atingir altas resistências iniciais.

### **3.1.3 Água**

A água utilizada para o desenvolvimento experimental desta pesquisa é proveniente do sistema de abastecimento da cidade do Rio de Janeiro/RJ e, foi submetida ao processo de deionização.

## **3.2 MÉTODOS DE ENSAIOS UTILIZADOS**

### **3.2.1 Classificação granulométrica**

A determinação da distribuição granulométrica das partículas do cimento e do rejeito de minério de ferro foi realizada por meio da técnica de espalhamento em luz, em granulometria a laser. O ensaio foi realizado no equipamento *Mastersizer*® 2000, da *Malvern Instruments Ltda*, o qual determina a distribuição do tamanho de partículas desde nanômetros a milímetros. Neste equipamento, a amostra é dispersa em meio aquoso, homogeneizada por hélice e com auxílio de excitação de ultrassom.

O fluido dispersante utilizado para a amostra de cimento foi o álcool etílico absoluto P.A., ensaiados com lente 100 (0,5 -180  $\mu\text{m}$ ). Utilizou-se ultrassom com um tempo de dispersão de 60 segundos. A quantidade de material utilizada em solução foi determinada até que obscuração medida pelo equipamento atingisse o valor entre 10% e 20%.

Para determinação da distribuição granulométrica da lama de rejeito de minério de ferro a amostra foi previamente seca em estufa de 100°C por 144h, até atingir massa constante. O fluido dispersante utilizado no rejeito foi a água deionizada e ultrassom, durante 60 segundos. As análises foram realizadas no Laboratório de Estruturas do Programa de Engenharia Civil da COPPE/UFRJ.

### **3.2.2 Difração de Raios X (DRX)**

A difração de raios X é uma técnica de alta-tecnologia, não destrutiva, que permite determinar a composição mineralógica dos sólidos cristalinos presentes em um material.

A teoria da difração de raios X está associada ao fato de que, na grande parte dos sólidos cristalinos, os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Desta

maneira, quando ocorre a interação entre um feixe incidente de raios X sobre o material cristalino, um feixe difratado é detectado. O ângulo de difração ( $\theta$ ) depende do comprimento de onda dos raios X ( $\lambda$ ) e da distância interplanar ( $d$ ), conforme a Equação 3.1 que descreve a Lei de Bragg. A distância interplanar ou espaçamento é a distância entre dois planos cristalinos adjacentes.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad \text{Equação 3.1}$$

Onde,

n: ordem de difração (número inteiro);

Cada composto cristalino apresenta um certo tipo de padrão difratométrico característico, permitindo sua identificação através das posições angulares e intensidades relativas dos picos difratados (GOBOO, 2009)

Para ser realizada a análise mineralógica no difratometria de raios X (DRX), foi utilizado o rejeito seco a 40° C, para não afetar a mineralogia, até a constância de massa, em seguida realizou-se a homogeneização e quarteamento do material. Após este processo iniciou-se a moagem do rejeito no moinho de disco vibratório - Retsch RS 200, com a finalidade de reduzir o tamanho das partículas para melhor leitura no difratômetro Bruker-D4 Endeavor, nas seguintes condições de operação: radiação Co  $K_{\alpha}$ ,  $\lambda = 0.179021$  nm, gerador operado a 40 kV e 40 mA; velocidade do goniômetro de 0,02° 2 $\theta$  por passo com tempo de contagem de 0,5 segundos por passo e coletados de 4 a 80° 2 $\theta$ . As interpretações qualitativas de espectro foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF-04<sup>(16)</sup> em software *Bruker-AXS Diffrac.Eva 4.1* (ICDD, 2015). Este ensaio foi realizado no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).

Desta maneira, a granulometria associada a composição química e mineralógica são informações de grande importância para o reaproveitamento dos rejeitos de mineração de ferro (ANDRADE, 2014). O conhecimento destas características é essencial para a aplicação destes rejeitos como materiais de construção.

Com o desenvolvimento da tecnologia computacional, foi desenvolvida uma metodologia que permite o refinamento de estruturas cristalinas complexas, em que possibilita quantificar as fases por difração de raios X com uma precisão reconhecida. Por isto, neste trabalho, associado a análise de difratometria de raios X, foi utilizado o método de Rietveld, determinando quantitativamente a composição mineralógica da lama de rejeito de minério de ferro.

Ao contrário de outros métodos baseados na integração das intensidades dos picos característicos de fases, o método desenvolvido por Hugo Rietveld baseia-se em simulação de todo o difratograma. Ele encontrou uma maneira para quantificações por comparação do espectro real de uma amostra com espectros teóricos simulados a partir de misturas hipotéticas das fases. Esta comparação é realizada ponto a ponto, e as diferenças encontrados em cada ponto são ajustadas pelo método dos mínimos quadrados (GOBOO, 2009).

A análise quantitativa pelo método de Rietveld permite definir quais são os minerais presentes no rejeito da jazida de Conceição II. Para quantificação pelo método de Rietveld, foi adicionado 15% de fluorita na amostra de IOT, o tempo de contagem foi de 1 segundo por passo coletado de 4 a  $105^\circ 2\theta$ .

### **3.2.3 Massa específica**

Para obtenção da massa específica do cimento e do rejeito, seco previamente em estufa, foi utilizado um picnômetro a gás (hélio), modelo AccuPyc 1330 da empresa Micromeritics. O picnômetro a gás determina o volume verdadeiro de sólidos por variação da pressão de um gás em uma câmara de volume conhecido. Geralmente o gás utilizado é o hélio, por ser leve, inerte e monoatômico. Trata-se de um método que consiste na determinação do volume de massa conhecida da amostra através da variação da pressão do gás em um volume calibrado. A amostra de rejeito foi seca em estufa a

100°C por 144h, até atingir massa constante. As análises foram realizadas no Laboratório de Estruturas do Programa de Engenharia Civil da COPPE/UFRRJ.

### 3.2.4 Teor de Umidade/ Sólidos

O teor de umidade total foi determinado pelo método NBR 9939/2011, feita por secagem utilizando a estufa. O método visa a obtenção de três amostras semelhantes. Utilizando-se a balança analítica, foram determinadas as massas iniciais de cada amostra úmida e também dos recipientes (beckers) utilizados. Após determinadas suas massas, as amostras foram levadas à estufa, cerca de 110°C, até a constância de massa, ou seja, secagem total do material.

Após a determinação das massas iniciais ( $M_i$ ) e finais ( $M_f$ ) da amostra realizou-se o cálculo do teor de umidade (%), conforme Equação 3.2.

$$U(\%) = \frac{(M_i - M_f)}{M_f} \times 100 \quad \text{Equação 3.2}$$

Com a determinação da quantidade de água da lama e, com a média das massas finais das três amostras, foi possível calcular o teor de sólidos da lama de rejeito.

### 3.2.5 Composição Química

Para determinação da composição química da lama de rejeito de Conceição II foi utilizada a técnica de Fluorescência de Raios-X, utilizando o equipamento WDS-2, modelo AXIOS Max (Panalytical), realizadas com duas distintas preparações: por fusão e por prensagem. O estudo das duas técnicas foi avaliar os métodos e comparar resultados obtidos pela análise das pastilhas prensadas e pastilhas fundidas por FRX.

A fluorescência de raios X dos elementos presentes numa amostra ocorre quando esta é atingida por raios X oriundos de um tubo de raios X. Ao incidirem nos átomos da amostra, esses raios X primários ejetam elétrons das camadas mais internas, próximas do núcleo, para as mais externas, quando os elétrons retornam para suas posições emitem energia característica a cada elemento.

A fusão das amostras com fundentes facilita a determinação de elementos maiores e menores (Na, Mg, Al, Si, P, K, Ca, Ti, Mn, Fe). A amostra de rejeito foi seca em estufa, e posteriormente moída no moinho de disco vibratório - Retsch RS 200. Em seguida, homogeneizada e quarteada, retirando assim, alíquotas reduzidas de aproximadamente 100g que foram posteriormente separadas em sacos plásticos e posterior preparação do material de como a torna-lo adequado para análise de fluorescência de raios-X. O procedimento de preparação de amostra para o método de fusão consistiu em realizar a diluição da amostra em 1:10, sendo 0,6g de amostra seca à 100°C e 6g de fundente, utilizando como fundente tetraborato de Li ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  100%). Em seguida, fusão da amostra à 1050 °C na Máquina VULCAN (Figura 3.9a) da empresa FLUXANA.

A preparação direta de pastilhas prensadas a partir de amostras pulverizadas também é muito usada, mas encontra aplicações mais frequentes na determinação de elemento-traço. Utilizou-se, pelo método da prensagem, a prensa automática VANEON<sup>®</sup> da empresa FLUXANA (Figura 3.9b), com molde de 20 mm, com uma carga de prensagem de 10, 15 e 20 toneladas durante um tempo de 30s, utilizando como aglomerante ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) na proporção de 1:0,3 - 0,6 g do ácido e 2,0 g da amostra seca à 100°C.

A determinação da Perda por calcinação (PPC) das amostras foi feita em equipamento Leco TGA-701. Primeira rampa de aquecimento 10°C/min de 25-107°C, segunda rampa 40°C/min de 107-1000°C. O ensaio é finalizado após 3 pesagens sequenciais idênticas. Estas análises foram realizadas no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Os resultados foram expressos em percentual, calculados como óxidos e normalizados a 100%.

Para validar o método de confecção e análise das pastilhas prensadas e fundidas, confeccionadas 4 pastilhas de amostras de rejeito por cada método.



(a)



(b)

**Figura 3.9: (a) Fusão utilizando o Vulcan da empresa Fluxana – Hd Elektronik.(b) Prensa Vaneox® Technology da empresa Fluxana.**



**Figura 3.10: Amostra de rejeito prensada com aglomerante ácido bórico ( $H_3BO_3$ ).**

### 3.2.6 pH

A determinação do pH foi realizada em um medidor de bancada NI PHM, da empresa Nova Instruments. Em um Becker de 100 ml foi colocada uma pequena quantidade da lama, em seguida foi inserido o eletrodo para ser realizada a medição, à

uma temperatura de 25,9°C. O ensaio foi feito no Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ.

### **3.2.7 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-EDS)**

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada com objetivo principal de visualizar e investigar a morfologia e o tamanho das partículas da lama de rejeito de minério de ferro. A técnica de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) obtém informações da composição química de pontos específicos da amostra, ou seja, identificar quais elementos químicos encontram-se presentes em pontos determinados da amostra.

A amostra de rejeito foi previamente seca em estufa de 40°C, quarteada e homogeneizada, sem redução granulométrica, para uma melhor visualização da sua superfície. A montagem do material foi feita utilizando uma fita de carbono dupla face, inserida no porta-amostra. Em seguida, a amostra foi recoberta com filme de ouro realizado no metalizador Bal-Tec SCD 005, sendo admitido o gás argônio através de uma válvula de gás para a câmara.

As análises para uma avaliação qualitativa da morfologia e composição química das partículas foram obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por dispersão de energia (EDS), no microscópio eletrônico de varredura Hitachi® modelo TM 3000 (CETEM).

O MEV é um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação, 300.000 vezes ou mais, para a maior parte de materiais sólidos, conservando a profundidade de campo compatível com a observação de superfícies rugosas. Devido a forma como as imagens são obtidas, estas têm uma aparência tridimensional característica e são úteis para avaliar a estrutura superficial de uma determinada amostra.

O EDS (*Energy Dispersive X-ray Detector*, EDX ou EDS) é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. Quando o feixe de

elétrons incide sobre um mineral, os elétrons mais externos dos átomos e os íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para sua posição inicial, liberam a energia adquirida, a qual é emitida em comprimento de onda no espectro de raios-X.

### **3.2.8 Análise Térmica**

Ensaio termodiferenciais e termogravimétricos têm sido amplamente aplicados no estudo de materiais cimentício em decorrência das mudanças físico-químicas que ocorrem em tais materiais quando são submetidos ao aumento da temperatura, ou aquecimento (CORDEIRO, 2006). A análise térmica diferencial (DTA) é uma técnica na qual a diferença de temperatura existente em uma amostra e um material de referência são monitorados durante um aquecimento. O uso principal da DTA é detectar a temperatura inicial dos processos térmicos e qualitativamente caracterizá-los como endotérmico e exotérmico, através de curvas de deflexões, em sentidos opostos. Desta maneira é possível identificar com precisão os compostos presentes na amostra pela posição, forma e intensidade dos picos endotérmicos e exotérmicos (SOUZA SANTOS, 1989; RAMACHANDRAN *et al.*, 2002 citado por CORDEIRO, 2006; MACHADO, 2008).

Foi realizada a análise termogravimétrica do rejeito de minério de ferro, previamente seco a 40 °C e do cimento. Utilizou-se o equipamento SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da *TA Instruments*® do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ. As condições experimentais empregadas foram: taxa de aquecimento de 10°C por minuto, a uma faixa de temperatura de 35°C até 1000°C, com fluxo de nitrogênio de 100mL/min e cadinho aberto de platina. Ressalta-se que a análise foi feita sob uma atmosfera inerte (N<sub>2</sub>).

## **3.3 METODOLOGIA DE PRODUÇÃO E AVALIAÇÃO DAS PASTAS**

### **3.3.1 Dosagem, Produção, Moldagem e Cura das Pastas**

A aplicação do rejeito de minério de ferro representa a última e mais importante etapa do programa experimental, pois objetiva avaliar a influência da substituição parcial do cimento Portland pelo IOT nas pastas.

Para a produção das pastas é fundamental realizar o estudo da dosagem, ou seja, desenvolver o processo para obtenção da combinação ideal dos materiais constituintes. Antes de iniciar a dosagem das pastas, realizou-se um estudo preliminar para definir a quantidade de água a ser adicionada nas misturas. A água disponível durante a mistura é importante para garantir as reações de hidratação e a trabalhabilidade das pastas.

A primeira escolha foi definir as concentrações de substituições do rejeito de minério de ferro (IOT) pelo cimento nas pastas. As proporções escolhidas foram 5, 10 e 15% na forma de lama, e 10% de IOT seco. A quantidade de água inserida na mistura foi determinada em função da concentração de sólidos da lama (25,33%), desta forma, a menor quantidade de água: sólidos (cimento + IOT) para substituir 15% do rejeito na mistura foi uma relação de água: sólidos 0,45. Além desta relação água/sólidos, estudou-se o efeito da lama em uma pasta mais diluída, com maior fator água/sólidos 0,65, com o objetivo de avaliar o efeito da diluição. Portanto, a pasta de referência (água e cimento Portland) e as pastas com substituição do rejeito foram dosadas com relação água/material seco 0,45 e 0,65.

Na produção das pastas foi utilizada a lama de rejeito de minério de ferro, assim na quantificação dos materiais para a confecção das mesmas a água presente na lama foi subtraída da água adicionada à mistura. A utilização da lama foi escolhida para reduzir o gasto energético que seria necessário para secagem do material em estufa. O efeito do IOT seco foi avaliado apenas para o teor de substituição de 10% para a relação água: sólidos 0,45, objetivando verificar as alterações proporcionadas pela utilização do IOT

seco. Portanto, os materiais utilizados para confecção das pastas foram cimento Portland, água deionizada, a lama de IOT ou IOT seco.

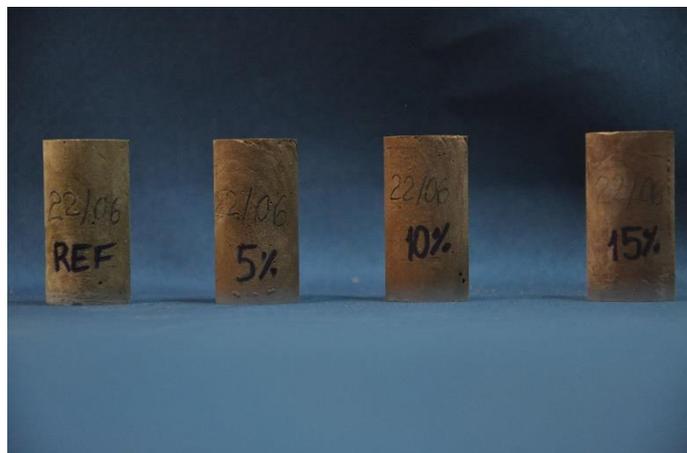
Para o preparo das misturas utilizou-se o misturador de palhetas com controle de rotação, com capacidade de 1 litro – modelo 3060 *Chandler*. A mistura foi realizada em 0:30 min a 1000 RPM e 2:30 min a 4100 RPM, consecutivamente, para um volume de 300 mL. Para as pastas com IOT lama, nos 30 segundos iniciais de mistura, o cimento foi vertido à fase líquida (lama + água). Já para a pasta com IOT seco, nos primeiros 30 segundos foi adicionado primeiramente o rejeito seco na água e em seguida o cimento. Para cada pasta produzida foram moldados nove corpos de prova cilíndricos, para cada idade de cura, de dimensões 2,5 cm de base x 5 cm de altura. Destes, seis foram destinados ao ensaio de resistência à compressão, dois destinados para ensaios de propriedades físicas e um para análise térmica.

Após a confecção da pasta no misturador, procedeu-se a moldagem mecânica dos corpos de prova, utilizando moldes das placas como base em acrílico e tubos cortados de PVC. Devido ao fato da pasta ser bastante fluida, não foi necessário a utilização da mesa vibratória para acomodação das partículas. A amostra foi adensada manualmente por meio de leves batidas até eliminação (visual) de todo ar incorporado. A Figura 3.11 apresenta os corpos de prova logo após a operação de moldagem.



**Figura 3.11: Moldagem dos corpos-de-prova das pastas de referência e com 5,10 e 15% de substituição do cimento por IOT.**

Após a moldagem, os corpos de prova foram mantidos em câmara de cura úmida (umidade de 95%) por 24h. Em seguida, os corpos de prova foram desmoldados e permaneceram na câmara de cura até a idade de ensaio, que foram 3, 7, 28 e 90 dias.



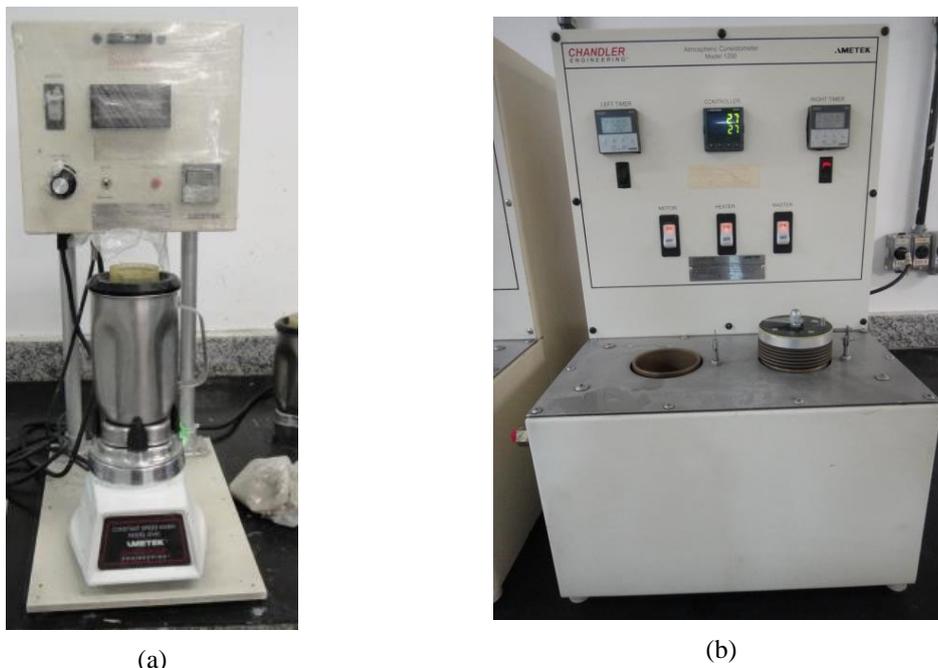
**Figura 3.12:** Corpos-de-prova desmoldados das pastas de referência e com 5,10 e 15% de substituição do cimento por IOT.

## **3.4 PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO FRESCO**

### **3.4.1 Propriedades Reológicas**

Para realização do ensaio de reologia foram produzidas as pastas no misturador de palhetas com controle de rotação, com capacidade de 1 litro – modelo 3060 Chandler. A mistura foi realizada em 0:30 min a 1000 rpm e 2:30 min a 4100 rpm para um volume de 300 mL. Para o preparo de 500 mL de pasta utilizada no ensaio de reologia foi realizado este procedimento duas vezes, simultaneamente. Após este processo, as pastas foram homogeneizadas no consistômetro atmosférico modelo 1200 da Chandler® por 20 minutos na temperatura de 27°C. Esta metodologia foi adotada para garantir que todas as pastas estariam na mesma temperatura no início do ensaio de reologia.

As pastas avaliadas possuíam relação água/sólidos de 0,45; os teores de 0%, 5%, 10% e 15% de cimento foram substituídos, em massa, por lama de IOT (teor de sólidos), originando as pastas REF, IOT 5%, IOT 10% e IOT 15%. Além disso, foi avaliada a pasta com IOT seco, no teor de 10% de substituição do cimento.



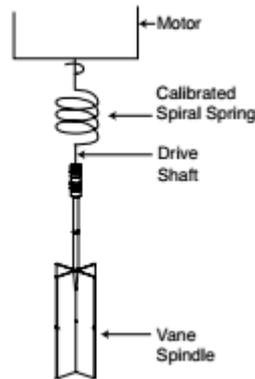
**Figura 3.13: (a) Misturador Chandler® utilizado para o preparo das misturas e (b) Consistômetro atmosférico modelo 1200 – Chandler.**

As propriedades reológicas das pastas foram determinadas utilizando o reômetro *Brookfield modelo DV-III Ultra*. A geometria adotada foi a de palhetas em cruz (vane pindle). O reômetro utilizado realiza medições de parâmetros de fluidos, como viscosidade e limite de escoamento.

Segundo SIQUEIRA (2014), o método *Vane* ou método do rotor de hélice é um método simples e eficiente na medição do limite de escoamento, dentre outras propriedades de fluidos não newtonianos.

O princípio de funcionamento do DV-III Ultra é acionar um fuso (que está imerso no fluido) através de uma mola calibrada conectada a um eixo de acionamento do motor (Figura 3.14). A resistência do fluido ao movimento da palheta é medida pela deflexão

da mola. A deflexão da mola é medida com um transdutor rotativo (BROOKFIELD, 2012).



**Figura 3.14: Representação esquemática do funcionamento do reômetro Brookfield modelo DV-III Ultra (BROOKFIELD, 2012).**

Durante o ensaio, para que os resultados obtidos fossem considerados confiáveis, o torque máximo gerado pela resistência da mistura a rotação da palheta teria que estar entre 10 e 100% (BROOKFIELD, 2012). Com isto, houve a utilização de diferentes palhetas nas misturas. Quanto maior o número da palheta, menores são o diâmetro e o comprimento da palheta e, conseqüentemente, a área cisalhada (SIQUEIRA, 2014). Os números das palhetas utilizadas para os ensaios estão na Tabela 3.1, juntamente com os seus respectivos comprimentos e diâmetros.

A medida do deslocamento das partículas relacionadas com a distância entre elas é definida como taxa de cisalhamento/deformação. E a tensão de cisalhamento se define como a força pela área necessária para manter o escoamento do fluido. Estes parâmetros foram calculados segundo a Equação 3.3- taxa de cisalhamento Equação 3.4- tensão de cisalhamento, com auxílio do valor da velocidade angular por meio da Equação 3.5.

$$\gamma = \frac{2\omega R^2 c R^2 b}{X^2 [R^2 c - R^2 b]} \quad \text{Equação 3.3}$$

$$\tau = \frac{TK\chi YMC\chi T}{10} \quad \text{Equação 3.4}$$

$$\omega = \frac{2\pi}{60} \Omega \quad \text{Equação 3.5}$$

Onde:

$\gamma$  é a taxa de deformação (1/s);

$R_c$  é o raio do bécker que contém a amostra (cm);

$R_b$  é o raio da palheta (cm);

$\chi$  é o raio em que a superfície de cisalhamento ocorre que, para palheta em cruz, é igual a  $R_b$  (cm);

$\omega$  é a velocidade angular da palheta (rad/s);

$\Omega$  é a velocidade da palheta em rpm;

$T$  é a tensão de cisalhamento (Pa);

$TK$  é a constante relacionada com o modelo do reômetro que é igual a 8 para o modelo HBDV-III Ultra (BROOKFIELD, 2012);

$YMC$  é a constante relacionada com as dimensões da palheta

$T$  é o valor do torque medido pelo equipamento, em porcentagem.

O torque é uma medida da resistência da mistura ao cisalhamento, quanto maior for essa área ou quanto mais viscosa for a mistura, maior é a resistência ao fluxo, gerando um maior torque. Neste sentido, para misturas mais viscosas, deve-se utilizar palhetas com menor área para que o torque máximo não ultrapasse o limite superior de 100%. Quando a mistura é fluida, deve-se utilizar as palhetas de forma que a área seja suficiente para gerar um torque que não fique abaixo do limite inferior de 10%.

Os procedimentos foram executados na seguinte sequência:

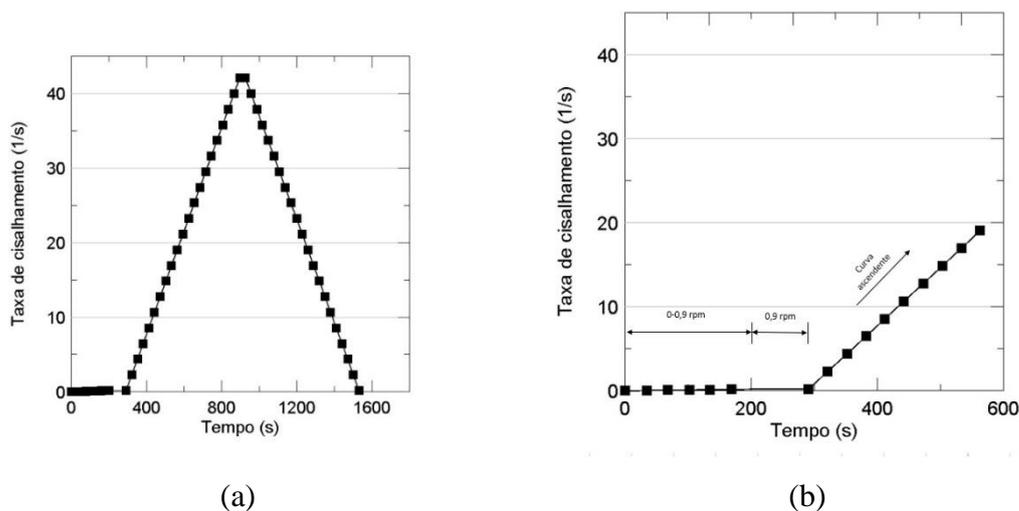
- Inserção de 500 mL de pasta no Becker de 600 mL;
- Posicionamento do material no Reômetro até que o nível da pasta estivesse alinhado com a linha de marcação da palheta (vane).
- Início do ensaio.

**Tabela 3.1: Valores de YMC e dimensões das palhetas em cruz (adaptado de BROOKFIELD, 2012).**

N° da Palheta	YMC	Comprimento (cm)	Diâmetro (cm)
V-72	2,0	4,333	2,167
V-73	10,0	2,535	1,267

Utilizou-se a metodologia semelhante à de LOMBOY *et al.*, (2014) para o ensaio de reologia, esquematizada na Figura 3.15. O ensaio inicia-se com a aplicação de uma taxa de cisalhamento com a rotação da palheta de 0 a 0,9 rpm em 200 seg, em seguida, foi mantida a rotação 0,9 por 90 seg. Esta etapa consistiu no pré-cisalhamento da pasta. O valor da tensão de cisalhamento em que a amostra começa a fluir foi chamado de tensão de escoamento estático. Até este ponto, a amostra se comporta linearmente, ou seja, se a tensão fosse cessada a amostra não apresentaria deformação. A partir do limite de escoamento, a amostra começa a fluir e a deformação é temporariamente irreversível (SCHRAMM, 2006).

Após o primeiro passo, a rotação é aumentada de 0,9 até 200 rpm em passos de 10 rpm a cada 30 segundos. Em seguida, decrescida em passos de -10 rpm até 0 rpm. Com este método foi possível determinar a tensão de escoamento estática, a tensão de escoamento dinâmica e a viscosidade plástica das pastas.



**Figura 3.15: (a) Histórico de cisalhamento das pastas (b) Detalhe do primeiro trecho.**

Fluidos viscosos ideais se deformam contínua e irreversivelmente, sob a ação de um sistema de forças, sendo esta deformação conhecida como escoamento (MACHADO, 2002).

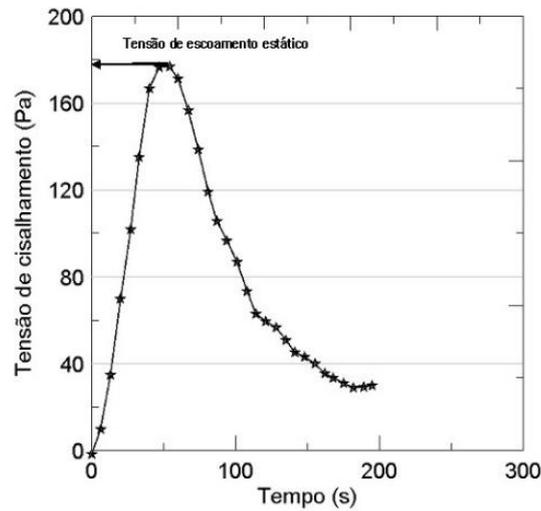
A tensão de escoamento estática foi tomada como o pico de tensão no estágio de pré-cisalhamento, como indicado na Figura 3.16. Durante a curva ascendente, a estrutura criada pela pasta do cimento está sendo esticada e rompida resultando numa tensão de escoamento estática máxima.

Após a ruptura da pasta, com os resultados da taxa de deformação e de tensão de cisalhamento foi possível determinar a viscosidade plástica e tensão de escoamento dinâmica, com um ajuste linear, resultadas da curva descendente, ao se admitir que as pastas se comportam como um fluido de Bingham (ROCHA, 2015), conforme a Figura 3.16b.

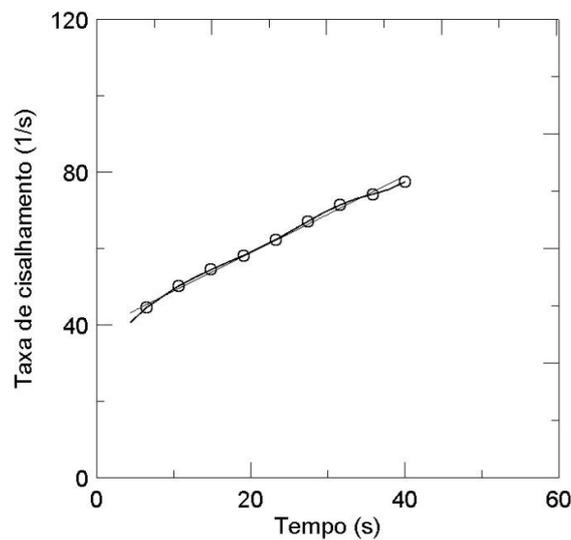
O modelo de Bingham, fluido Binghamiano ou plástico ideal requer a aplicação de uma tensão mínima, denominada tensão de escoamento, para que haja alguma deformação cisalhante (MACHADO, 2002). Modelos reológicos como de Bingham são capazes de descrever o fluxo do estado constante de pastas de cimento no estado fresco. Além disso, os modelos descrevem em um amplo intervalo entre um sólido elástico e

um fluido viscoso que deverão prever a deformação da pasta de cimento com razoável exatidão (LIMA, 2006).

A viscosidade e tensão de escoamento dinâmica são derivadas da curva descendente, conforme a Figura 3.16b.



(a)

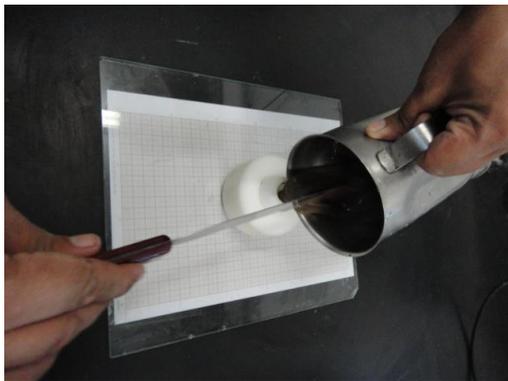


(b)

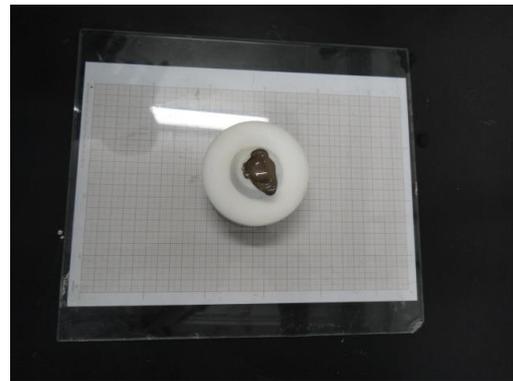
**Figura 3.16: (a) Determinação da tensão de escoamento estática. (b) Determinação da tensão de escoamento dinâmica e viscosidade plástica.**

Além disso, logo após a realização das misturas, também foi determinado espalhamento das pastas por meio do ensaio de KANTRO (1980) ou mini-

espalhamento. O ensaio consiste em preencher um pequeno molde tronco-cônico com a pasta e removê-lo de baixo para cima, verificando a abertura diametral da pasta, conforme a Figura 3.17. O tronco de cone possui altura de 60 mm, diâmetro interno superior de 20 mm e inferior de 40 mm.



(a)



(b)



(c)

**Figura 3.17: (a) Preenchimento de um pequeno molde tronco-cônico com a pasta; (b) Tronco de cone preenchido completamente com a pasta; (c) Remoção do molde tronco-cônico de baixo para cima, verificando a abertura diametral da pasta.**

### 3.4.2 Massa específica aparente no estado fluido

A determinação da massa específica foi avaliada com a utilização de uma balança de lama Fann Modelo 140, que contém um copo, onde o fluido é inserido, conforme a Figura 3.18. O ensaio foi realizado de acordo com os procedimentos descritos no PROCELAB (CAMPOS, FONSECA et al., 2005 citado por ROCHA, 2015). A balança é então equilibrada por contrapesos posicionados na extremidade oposta ao copo e por um cursor que se move livremente ao longo de uma escala graduada. A balança é equilibrada com auxílio de um nível de bolha.

O ensaio inicia-se realizando a preparação das pastas em duas medidas de 300 mL. As pastas produzidas foram as pastas de Referência, 5%, 10%, 15% de substituição do cimento pela lama de rejeito de minério de ferro, e 10% de substituição do rejeito de minério de ferro seco, todas elas feitas com relação água: sólidos de 0,45. Após a preparação das pastas, elas foram introduzidas no copo da balança de lama, sendo o copo totalmente preenchido com a pasta. A balança foi lavada, seca e colocada sobre a base. Por último, determinou-se a medição da densidade ou peso específico, colocada nos cursos até a obtenção do equilíbrio, verificado por meio da centralização da bolha do indicador de nível.

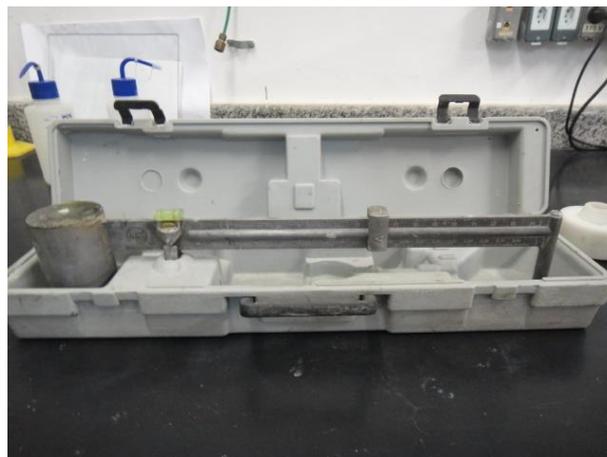


Figura 3.18: Balança de Lama utilizada na determinação da massa específica aparente.

### **3.4.1 Estudo da hidratação das pastas contendo IOT**

#### *3.4.1.1 Calorimetria Isotérmica*

O estudo do calor de hidratação teve como intuito mostrar o comportamento das pastas quando se substituiu o rejeito de minério de ferro pelo cimento. Desta maneira, foi possível quantificar o calor liberado na hidratação das pastas de referência e das pastas com o rejeito. Foram caracterizados os períodos de indução, aceleração e desaceleração da hidratação das pastas com substituição do IOT nos teores de 5, 10 e 15% na forma de lama com relação água: sólidos 0,45 e 0,65. Além disso, também se determinou o calor de hidratação para o ensaio com 10% de substituição do rejeito na forma seca pelo cimento.

Os experimentos de fluxo de calor foram medidos utilizando o TAM Air (TA Instruments) do Laboratório de Estruturas e Materiais da COPPE/UFRJ. Este calorímetro é composto de 8 canais independentes que estão montados juntos, formando um bloco único colocado em uma câmara de ar com uma temperatura controlada por um sistema regulador de temperatura (PID) e termostato. Com isto, foi possível determinar a taxa de evolução do calor e o calor acumulado das pastas ao longo do tempo.

Para o preparo das amostras, foram produzidas 30g de pastas em que aproximadamente 6g de pasta foi utilizada no ensaio. Foram preparadas as seguintes pastas: uma pasta de referência (água e cimento Portland), mais três ampolas com substituições de 5, 10 e 15% do IOT lama, e 10% do IOT seco, todas na relação água: sólidos 0,45. A duração mínima dos testes foi de 194 h (aproximadamente 8 dias) na temperatura de 27 graus.

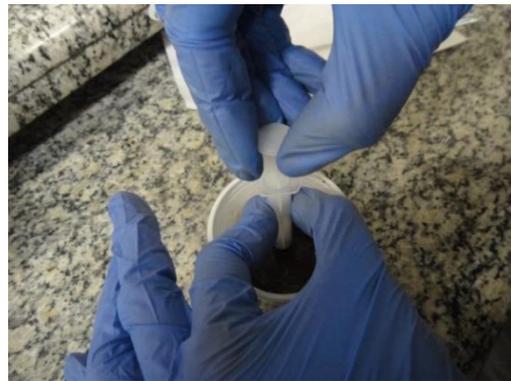
A pesagem dos materiais foi realizada com auxílio de copos descartáveis. Primeiramente pesou-se o cimento, a água e a lama e rejeito de minério de ferro (IOT), separadamente, nas medidas estabelecidas com cálculo de relação água: sólidos de 0,45. O cimento CPV- Ari foi peneirado em uma peneira de abertura de malha de 150 µm e armazenado em um saco plástico pequeno. A água utilizada foi a deionizada.

Com os materiais já pesados, iniciou-se o preparo da mistura. Foram adicionados os materiais secos, o cimento e a lama de rejeito de minério de ferro (IOT) à água, sendo a pasta misturada à mão em um copo descartável durante um tempo de 60

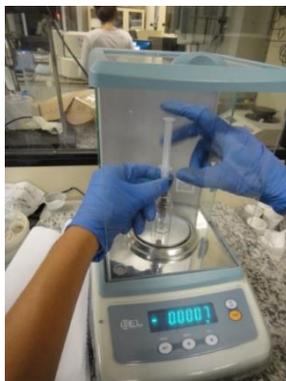
segundos. Após um minuto, pesou-se 6 g de mistura, utilizando uma seringa como auxílio para inserir a pasta, com precaução de não sujar as paredes laterais nem a borda da ampola. Em seguida foi utilizada uma ferramenta para fechar a tampa e colocar um gancho na tampa. Todos os procedimentos foram feitos dentro do tempo estabelecido, menos de 6 minutos, sendo a média de tempo de aproximadamente 5 minutos. Cada ampola foi colocada dentro de um canal, em paralelo havia uma ampola com água. A Figura 3.19 apresenta as etapas realizadas, conforme descrição feita anteriormente.



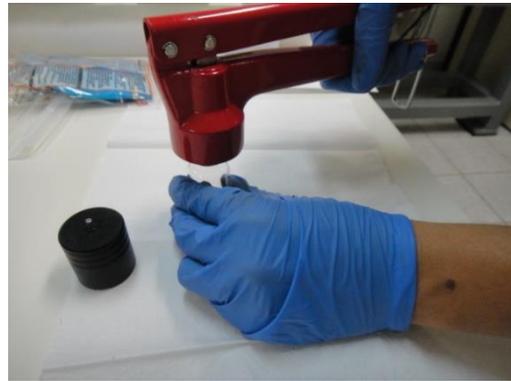
(a)



(b)



(c)

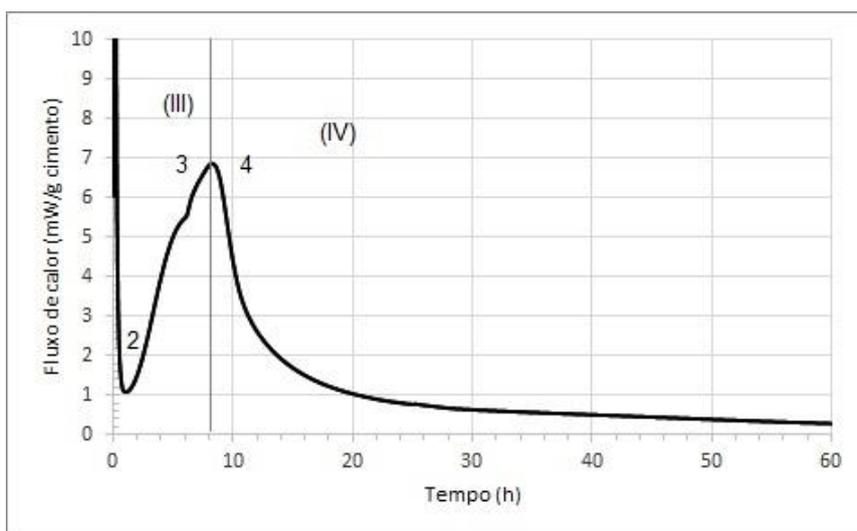


(d)

**Figura 3.19: (a) Mistura das matérias primas durante 60 segundo; (b) Inserção da pasta na seringa; (c) Pesagem de 6g da mistura na ampola; (d) Vedação da ampola para inserir no canal do calorímetro.**

Na Figura 3.20 é apresentada uma curva típica de evolução de calor obtida por meio de testes de calorimetria isotérmica de uma pasta de cimento. Nesta figura, é possível verificar que a hidratação pode ser dividida em quatro estágios com quatro picos.

O período inicial I é caracterizado pela dissolução de aluminatos e sulfatos (dissolução do sulfato de cálcio-  $\text{CaSO}_4$  e início da decomposição das fases  $\text{C}_3\text{A}$  e  $\text{C}_3\text{S}$ ) (ROCHA, 2015). Esta evolução de calor termina rapidamente, quando a solubilidade dos aluminatos é reduzida na presença de sulfatos em solução (MEHTA e MONTEIRO, 1994). Essas reações começam assim que o cimento entra em contato com a água, ocasionando um pico exotérmico intenso. Neste trabalho, o preparo da pasta foi realizado fora do calorímetro, portanto, o calor liberado devido a este fenômeno não pode ser medido com precisão e por isso não será analisado.



**Figura 3.20: Interpretação do fluxo de calor durante a hidratação de pasta de referência.**

Após o período inicial, o fluxo de calor decresce para o período de indução (2) também conhecido pelo período de dormência. Este período é caracterizado por baixa atividade química. O ciclo seguinte (III) de evolução de calor, também é conhecido como período de aceleração, acontece depois de aproximadamente 4 ou 8 horas de hidratação para a maioria dos cimentos Portland. É caracterizado pela dissolução ou decréscimo de  $\text{C}_3\text{S}$  e rápida formação  $\text{C-S-H}$  e  $\text{CH}$ . Este ciclo promove o início de pega,

ocorre quando a taxa de reação é acelerada, e acontece o fim da pega (3), antes do término do período III. A pasta de cimento inicia então o desenvolvimento das primeiras resistências mecânicas e a diminuição da porosidade (ROCHA, 2015; MEHTA e MONTEIRO, 1994).

O período IV é o período de desaceleração; tem início com uma redução gradual da taxa de evolução de calor, em decorrência da precipitação de hidratos que recobrem as partículas do cimento e dificultam a solubilização das fases anidras. Para alguns cimentos, ocorre um ressalto ou pequeno pico (4), que é devido à exaustão do sulfato de cálcio, o que faz com que a hidratação das fases aluminatos acelerem significativamente. Nesse período, pode acontecer também um segundo ressalto, que seria a conversão do AFt para a fase do monossulfato - AFm (ROCHA, 2015).

O calor de hidratação consiste no calor químico das reações de hidratação e do calor de adsorção da água na superfície do gel formado pelo processo de hidratação, no entanto, não é apenas a quantidade de calor de hidratação que preocupa, mas sim, a velocidade com que esse calor se desprende. Neste sentido, o calor de hidratação depende da composição química do cimento e dos compostos e da finura dos materiais, que possui influência sobre a velocidade de desprendimento do calor. Visto que a velocidade de hidratação de cada composto é proporcional à área específica do cimento (NEVILLE, 1997).

Materiais *fillers*, ou materiais de preenchimento, segundo NEVELLI, 1997 possui aproximadamente a mesma granulometria do cimento Portland. De acordo com Zielinska citado por NEVILLE (1997), o  $\text{CaCO}_3$ , que é um *filler* comum, reage com  $\text{C}_3\text{A}$  e com o  $\text{C}_4\text{AF}$  produzindo monocarboaluminato ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{CaCO}_3\cdot 11\text{H}_2\text{O}$ ). RAMACHANDRAM (1969) constatou que o filler tem papel na nucleação e hidratação do cimento, o  $\text{CaCO}_3$  se incorpora parcialmente na fase C-S-H, trazendo o benefício para a estrutura da pasta do cimento hidratada.

#### 3.4.1.1 *Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica*

As análises das pastas foram realizadas após 3, 7, 28 e 90 dias de cura em câmara úmida após a produção das pastas. Após o período de cura, os corpos-de-prova foram quebrados para ser retirada uma alíquota na parte central. Em todas as idades

ocorreu a interrupção da hidratação, que se procedeu com a imersão dos corpos-de-prova em álcool isopropílico por 3 dias e, em seguida por mais 3 dias na estufa a 40 °C e depois mantidas embaladas a vácuo até a realização dos ensaios.

Desta maneira, antes de iniciar o ensaio, as amostras foram moídas até se tornar em um pó utilizando um almofariz e pistilo. Assim, finalizou-se o processo de preparação da amostra para o ensaio de termogravimetria.

As análises termogravimétricas foram realizadas em equipamento SDT Q600 TGA/DTA/DSC Simultâneo da TA Instruments, a uma taxa de aquecimento de 10°C.min<sup>-1</sup> de 35 °C até 1000 °C. com fluxo de nitrogênio de 100 mL/min e cadinho aberto de platina. Anteriormente a isto, para secagem da amostra e eliminação da água livre residual, a amostra com aproximadamente 10 mg de massa foi submetida no equipamento a aquecimento a uma taxa de 1 °C/min de (23° ± 2) °C a 35 °C, seguido de isoterma a 35 °C por 1 hora.

A Figura 3.21 apresenta as curvas de perda de massa (TG) e derivada da perda de massa (DTG) para uma amostra de cimento. Na curva TG, observam-se três etapas de perdas de massa, que dão origem a três picos na curva DTG. A primeira etapa de perda de massa na curva TG até 370° C é atribuída à desidratação de sulfatos de cálcio hidratados presentes e a desidratação da etringita (fase AFt), algum silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e de fases aluminatos. A segunda perda de massa significativa na curva TG inicia-se aproximadamente a 370 °C e corresponde à desidratação do hidróxido de cálcio (CH), resultando em um pico na curva DTG em torno de 390 °C. Uma perda de massa começando na temperatura de 500 °C se dá devido a descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO<sub>3</sub>) (TAYLOR, 1997; RAMACHANDRAM, 1969 citado por ROCHA, 2015).

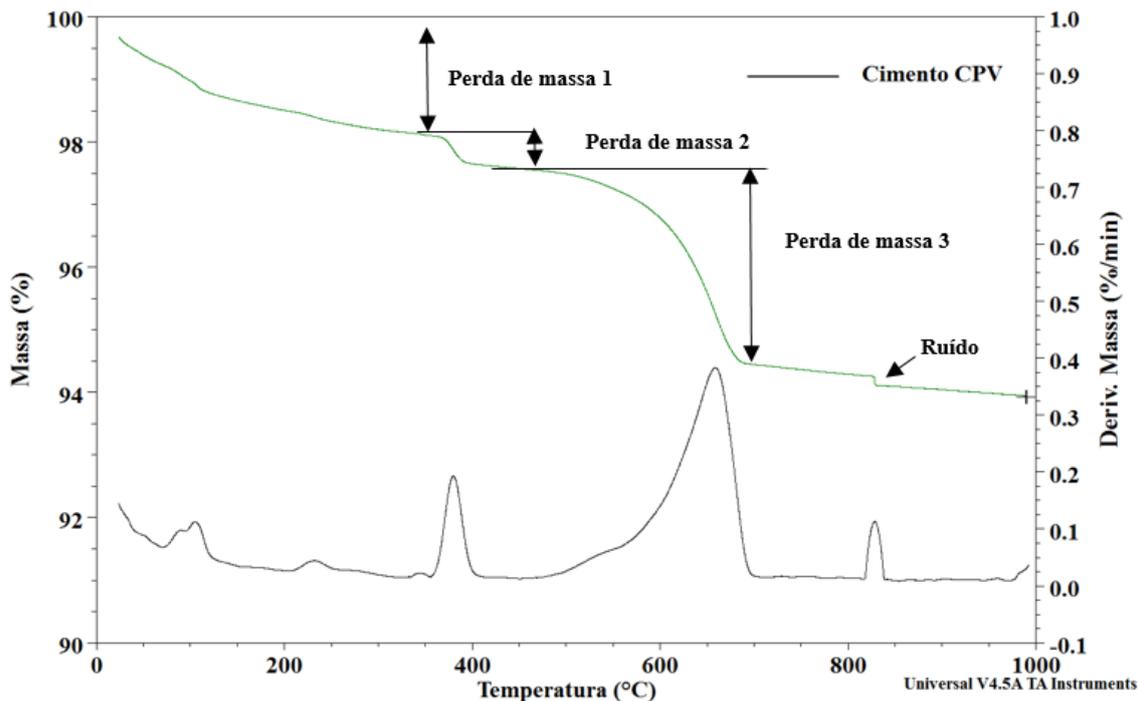


Figura 3.21: Curvas TG e DTG de amostra de cimento CP V.

Foram comparadas as curvas DTG das pastas de referência com as pastas com as substituições de 5%, 10% e 15% de cimento por IOT. Além disso, foram utilizadas as curvas DTG por indicarem com exatidão, as faixas de temperatura correspondentes a cada etapa de perda de massa, além de distinguir de forma clara uma sucessão de reações (IONASHIRO, 2004).

Utilizou-se o software *TA Instruments Universal Analysis 2000 Version 4.7* para quantificar os produtos presentes nas pastas de cimento e nas pastas com substituição do cimento pelo IOT. Inicialmente os dados da curva TG foram transformados em base calcinada e em seguida levadas a massa inicial do cimento não hidratado. Neste sentido, as perdas de massa e os dados de análise térmica com base na massa inicial do cimento foram avaliadas. DWECK *et al.* (2009) relata que quando não são adicionados aditivos, a massa final calcinada destas amostras tem a mesma composição de óxidos do que a do cimento calcinado não hidratado.

Com as curvas de TG, DTG e DTA iniciou-se a análise e marcação das perdas de massa nos intervalos delimitados através das curvas TG e DTG. Os seguintes pontos foram marcados: o primeiro ponto foi a 35°C, após a isoterma, onde se inicia a primeira

etapa de reações, ocorrendo a desidratação de sulfatos de cálcio hidratados presentes e a desidratação da etringita (fase AFt). O segundo ponto foi em 200°C. A terceira marcação foi dada no menor ponto antes de iniciar a desidratação do CH na curva da DTG, que se inicia em aproximadamente 390 °C. O quarto ponto foi escolhido pela curva DTG no menor ponto após a desidratação do CH e o quinto ponto foi após a descarbonatação do CaCO<sub>3</sub>, no menor ponto. Além destes pontos também foram obtidos a perda da água livre, e a massa final ou a porcentagem de óxidos à temperatura de 1000°C, pela curva TG. A Figura 3.22 apresenta um exemplo de como foi realizado.

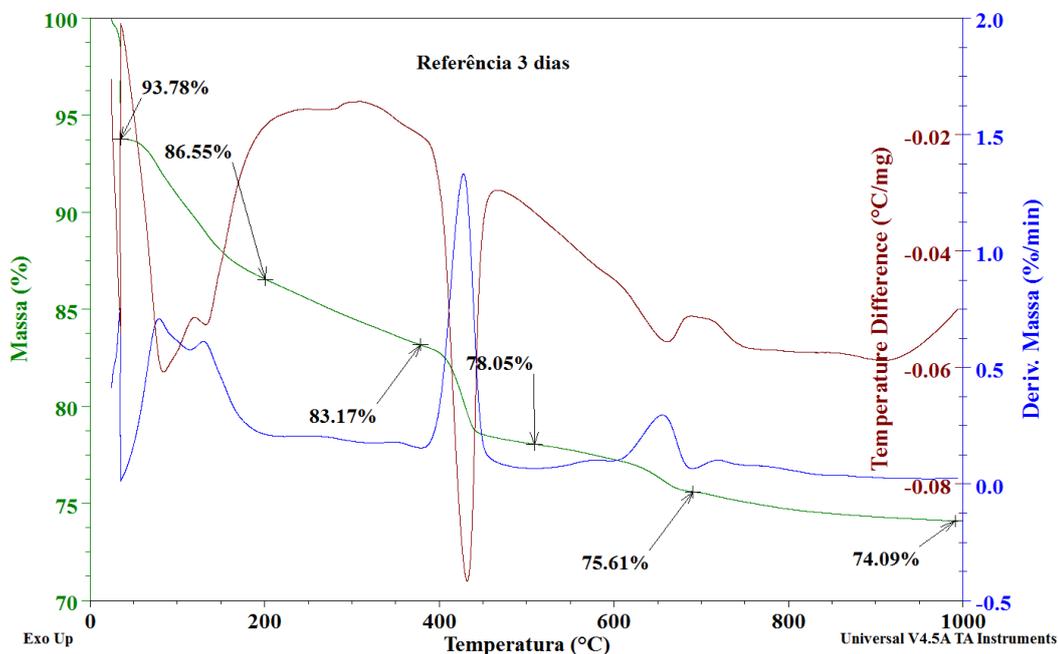


Figura 3.22: Curvas TG, DTG e DTA de amostra de pasta de cimento na idade de 3 dias com as devidas marcações das perdas de massa.

Com as perdas de massa obtidas a partir das curvas TG do cimento e das pastas apenas contendo cimento água em diferentes idades, para se comparar estes resultados entre si, teve que se multiplicar as curvas TG das pastas por um fator  $F$ , dado pela Equação 3.6. Assim, todas as curvas ficam em base à massa inicial do cimento.

$$F = \frac{M_{res.cimento}}{M_{res.amostra}} \quad \text{Equação 3.6}$$

Onde,

$M_{res. amostra}$  = Percentual da massa calcinada da amostra de pasta (cimento + água) a 1000 °C em base à sua massa inicial;

$M_{res.cimento}$  = Percentual da massa calcinada do cimento original a 1000 °C, obtida na curva TG plotada na em base a sua massa inicial;

Quando um rejeito é usado na mistura com cimento antes da hidratação, a massa calcinada da amostra no final da análise de TG (geralmente em 1000 °C) é diferente da massa calcinada da composição dos óxidos do cimento não hidratado (DWECK *et al.*, 2016).

Segundo DWECK *et al.*, (2009), para se ter uma mesma base de comparação de massa e evitar resultados errados do conteúdo de componentes iniciais dos dados das curvas de análise térmica devem ser transformados em base de calcinação de cimento, ou seja, com base na massa de óxidos de cimento presente nas amostras ou na base da massa inicial do cimento da amostra. Para realização dos cálculos de perdas de massa e dados de análise dos resultados, optou-se por utilizar como base a massa inicial do cimento da amostra. Assim, foram obtidoa as novas curvas TG em base inicial do cimento de todas as pastas, calculados por meio do uso do fatos  $f_{cem, ib}$ , conforme Equação 3.7:

$$f_{cem, ib} = f(x) = \frac{\frac{(100 - \%subiot) \times M_{c, cim}}{100}}{\frac{(100 - \%subiot)}{100} \times M_{c, cim} + \%subiot \times M_{c, iot}}{100}} \quad \text{Equação 3.7}$$

Onde:

$f_{cem,lb}$  = Fator de transformação das curvas TG e DTG em base à massa inicial de cada amostra da pasta com IOT para a base da massa inicial de cimento na amostra;

$M_{c, cim.}$  = Massa calcinada do cimento não hidratado a 1000 °C (% de óxidos);

$M_{c.IOT}$  = Massa calcinada do IOT a 1000 ° C (% de óxidos).

$\%_{sub.IOT}$  = Porcentagem de substituição do cimento pelo IOT em massa

Com o valor da porcentagem de óxidos de cimento na massa calcinada da pasta com IOT obtidos, calculou-se a massa calcinada com óxidos de cimento na pasta IOT, conforme Equação 3.8.

$$\begin{aligned} &M_{c.óx.cim.pastaiot} \\ &= f \times M_{cpastaiot} \end{aligned} \qquad \text{Equação 3.8}$$

$$F = \frac{M_{res.cim}}{M_{c.ox.de.cim.pastascomIOT}} \qquad \text{Equação 3.9}$$

## 3.5 PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO ENDURECIDO

### 3.5.1 Propriedades Mecânicas

#### 3.5.1.1 Resistência à Compressão Uniaxial

Para a realização do ensaio de resistência à compressão uniaxial foram preparados os corpos de prova, conforme a seção 3.3. Antes do ensaio de resistência à compressão, os corpos de prova tiveram suas superfícies (topo e base) faceadas em torno mecânico para obter paralelismo entre suas faces.

O ensaio de resistência à compressão uniaxial das pastas foi realizado na prensa de ensaios *Wykeham Farrance* com célula de carga com capacidade de 200 kN, com velocidade de carregamento de 0,1 mm/min. Os deslocamentos longitudinais foram medidos por dois transdutores elétricos fixados na zona central do corpo-de-prova, ilustrados na Figura 3.23. O módulo de elasticidade foi calculado por meio da Equação 3.10.

$$E = \left( \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \right) \quad \text{Equação 3.10}$$

E – Módulo de elasticidade (GPa);

$\sigma_2$  – Tensão correspondente a 40% da tensão máxima (MPa);

$\sigma_1$  – Tensão correspondente à deformação  $\varepsilon_{a1}$  (MPa);

$\varepsilon_2$  – Deformação axial correspondente à tensão  $\sigma_2$  (mm/mm);

$\varepsilon_1$  – Deformação axial igual a  $8 \times 10^{-5}$ (mm/mm).



(a)



(b)

**Figura 3.23:** (a) Equipamento Wykeham Farrance com os LVDTs instalados; (b) Corpos-de-prova posicionado com transdutores elétricos.

### 3.5.2 Sedimentação Estática ou Estabilidade

A determinação da sedimentação estática ou estabilidade (segregação de sólidos) das pastas foi avaliada utilizando moldes cilíndricos com 25mm de diâmetro e 203 mm de altura (medidas internas), bipartidos e com tampa. A preparação das amostras foi realizada conforme o item 3.3.1. Após a medição da massa específica no estado fresco de cada pasta, estas foram colocadas no consistômetro atmosférico modelo 1200 da Chandler® por 20 minutos na temperatura de 27°C. Após este tempo a pasta foi introduzida até a metade do tubo decantador previamente engraxados até aproximadamente a metade de sua profundidade. Em seguida homogeneizou-se a pasta

com auxílio de um bastão de vidro por meio de movimentos circulares uniformes para eliminação de bolhas de ar, por um período de tempo máximo de 45 segundos. Após este procedimento, misturou-se o restante da pasta com auxílio de uma espátula no próprio copo do misturados para evitar a segregação e verteu-se a pasta até atingir toda a altura dos tubos decantadores. Por último, homogeneíza-se a pasta de cimento durante mais 45 segundos e veda-se a tampa de rosca superior, conforme a Figura 3.24.

Os tubos decantadores foram dispostos verticalmente em banho hidrostático térmico, mantido na temperatura de 27 °C por 24 horas. Depois de 24 horas, retirou-se os cilindros e desenroscou a tampa superior para retirada das amostras cilíndricas. Posteriormente realizou-se o corte de cada cilindro em 4 partes iguais identificando as seções de cada cilindro da seguinte forma: topo (I), intermediários (II e III) e fundo ou base (IV) e deixou-as imersas em água na temperatura ambiente por um tempo mínimo 30 minutos.



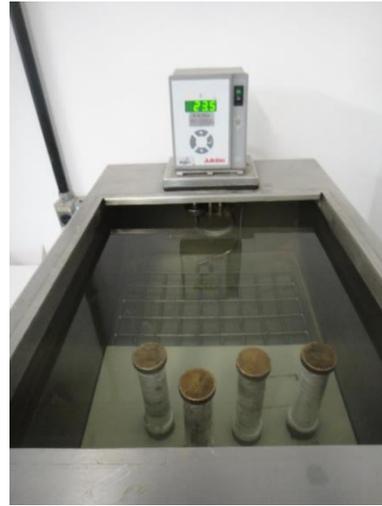
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 3.24: (a) Homogeneização da pasta vertida até a metade da profundidade nos moldes; (b) Homogeneização da pasta vertida até a borda dos moldes; (c) Tubos decantadores preenchidos; (d) Moldes no banho térmico.**

Para determinar a sedimentação estática, enche-se parcialmente um béquer com água e coloca-o na balança e tara. Em seguida se retira as amostras cortadas e seca- a suavemente com um papel absorvente. Por meio de um fio preso à seção, imerge-se cada seção no béquer com água, sem encostá-la nas paredes ou no fundo do béquer. A outra extremidade do fio poderá ser presa a um suporte com garra para que garanta maior estabilidade na precisão da leitura. Registra-se a massa indicando como Massa da Seção Suspensa pelo Fio; em seguida, abaixa a seção para apoiá-la no fundo do béquer, de modo que o fio não fique tensionado e registra uma nova massa como Massa da Seção Apoiada no Fundo Béquer.

O resultado é determinado pelo cálculo de cada coluna cilíndrica, a massa específica de cada seção ( $\rho_{\text{TOPO}}$ ,  $\rho_{\text{II}}$ ,  $\rho_{\text{III}}$ ,  $\rho_{\text{BASE}}$ ), utilizando a seguinte Equação 3.11. A massa específica das pastas foi calculada pela média das massas específicas das 2 seções de cada corpo de prova. A variação da sedimentação estática foi determinada fazendo a diferença de massa específica entre as seções de fundo e de topo ( $\Delta\rho$ ). Quanto menor o valor de  $\Delta\rho$ , mais estável é a pasta.

$$ME = \frac{MFB}{MSF}$$

**Equação 3.11**

Onde:

ME - Massa específica da seção (g/cm<sup>3</sup>);

MFB - Massa medida da seção apoiada no fundo béquer (g);

MSF - Volume de água deslocada pela seção (cm<sup>3</sup>).

### **3.5.3 Absorção total, Índice de Vazios e Massa específica**

O ensaio de absorção total foi realizado de acordo com os procedimentos descritos na ABNT NBR 9778 (2005).

Ensaio-se dois corpos de prova cilíndricos de cada dosagem com tamanho de 25 mm de diâmetro e 50 mm de altura. O preparo das pastas foi feito primeiramente com a substituição do cimento por lama de rejeito de minério de ferro, em massa, nas proporções de 5, 10 e 15% com relação água/ cimento de 0,45. Também foram preparadas e moldadas as pastas com substituição do cimento pela lama de rejeito na proporção de 10% com uma relação água/cimento maior, 0,65. Além de utilizar a lama úmida, realizou-se também a produção de pastas com substituição de cimento pelo rejeito de minério de ferro seco, na proporção de 10%, em relação água: sólidos de 0,45.

Após a moldagem, os corpos de prova foram mantidos em câmara de cura úmida (umidade de 95%) por 24h, semelhantes ao ensaio de resistência à compressão realizados. Em seguida, os corpos de prova foram desmoldados e permaneceram na câmara de cura até a idade de ensaio, 28 dias.

O ensaio de determinação de absorção de água, índice de vazios e massa específica se inicia com a secagem das amostras em estufa a 105°C durante um período de 72h. Após este período obteve a massa da amostra em condição seca ( $m_s$ ). O segundo passo foi a imersão da amostra em água à temperatura de aproximadamente 23°C

durante 72 horas ou até a constância de massa. A última e importante etapa foi submeter os corpos de prova em um recipiente cheio de água para ser levada à ebulição e mantida por um período de 5 horas, mantendo constante o volume de água. Em seguida, deixou-se a água esfriar naturalmente até a temperatura de  $(23 \pm 2)$  °C. Determinou-se a massa dos corpos-de-prova com auxílio de uma balança hidrostática ( $M_i$ ). Retirou-se a amostra da água e enxugou-a com um pano úmido para registrar a sua massa saturada ( $M_{sat}$ ).

Com isto, foi possível calcular a absorção de água por imersão (Equação 3.12), o índice de vazios (Equação 3.13) e a massa real da pasta endurecida (Equação 3.14), a partir dos valores médios de massa seca, saturada com superfície seca e submersa.

$$A = \frac{M_{sat} - M_s}{M_s} \times 100 \quad \text{Equação 3.12}$$

$$I_v = \frac{M_{sat} - M_s}{M_{sat} - M_i} \times 100 \quad \text{Equação 3.13}$$

$$\rho_r = \frac{M_s}{M_s - M_i} \quad \text{Equação 3.14}$$

Onde:

A – Absorção de água por imersão (%);

$I_v$  – Índice de vazios da pasta endurecida (%);

$\rho_r$  – Massa específica real da pasta endurecida ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ );

$M_{sat}$  - Massa do corpo de prova saturada em água após imersão e fervura (kg);

$M_s$  - Massa do corpo de prova seco em estufa (kg);

$M_i$  – Massa do corpo de prova saturado e imerso em água (kg).

## 4. APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

#### 4.1.1 Classificação Granulométrica do rejeito de minério de ferro

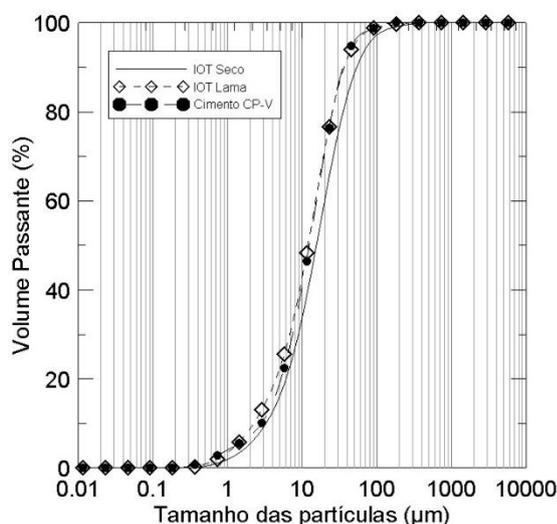
A Figura 4.1 apresenta a distribuição granulométrica do rejeito de minério de ferro da unidade de Conceição II. A curva de distribuição granulométrica mostrou que 10% das partículas ( $D_{10}$ ) são menores que 2,16  $\mu\text{m}$ , que o tamanho médio das partículas ( $D_{50}$ ) é igual a 11,65 $\mu\text{m}$ , e que 90% ( $D_{90}$ ) das partículas são menores que 35,61  $\mu\text{m}$ . Quando a amostra da lama foi seca os valores de  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  aumentaram um pouco passando para 3,05  $\mu\text{m}$ , 12,84  $\mu\text{m}$  e 40,02  $\mu\text{m}$ , respectivamente (Tabela 4.1). Assim sendo, quando se analisou o diâmetro das partículas na forma de lama e seca, não se observou uma grande diferença. Possivelmente, o pequeno aumento no tamanho de partículas pode estar relacionado a alguma aglomeração de grãos no processo de secagem.

Os valores de granulometria apresentados na literatura estão bem próximos aos obtidos no presente estudo, mostrando alguma semelhança na granulometria dos rejeitos estudados por diversos autores. O trabalho desenvolvido por WOLFF (2009), por exemplo, mostrou que as granulometrias dos rejeitos do QF estudados apresentaram  $D_{80}$  variando de 10 a 30 $\mu\text{m}$ . HUANG *et al.*: (2013) ressaltam que o tamanho médio dos IOTs é aproximadamente 5 $\mu\text{m}$  e que 90% das partículas são menores que 40 $\mu\text{m}$ . YANG *et al.*, (2014) caracterizaram o rejeito de minério de ferro proveniente da cidade de Jiangsu, na China, e mostraram que 96% das partículas tinham diâmetro menor que 50

$\mu\text{m}$ . GUIMARÃES (2011) observou que nas lamas de rejeito de minério de ferro, um grande percentual da amostra (40-60%), tem granulometria acima de 10  $\mu\text{m}$ .

Segundo YELLISHETTY *et al.*, (2008) a variação na distribuição de tamanho das partículas encontrada em diversas pesquisas seria uma indicação de geologia inerente às diferentes regiões e das propriedades das jazidas e do material, além do processo de esmagamento e compactação que os resíduos sofrem enquanto quebram.

A Figura 4.1 também apresenta a curva granulométrica do cimento CPV-ARI, que apresenta  $D_{90}$  igual a 40,01,  $D_{50}$  14,43 e  $D_{10}$  3,28  $\mu\text{m}$ , apresentando uma granulometria bastante semelhante à do IOT.



**Figura 4.1:** Curvas granulométricas do Cimento Portland CPV-ARI e dos rejeitos de minério de ferro (IOT) na forma de lama e seca.

**Tabela 4.1:** Valores dos parâmetros característicos  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  do cimento Portland CPV-ARI, e do Rejeito de Minério de ferro (IOT) na forma de lama e seca.

Material	Tamanho de partículas ( $\mu\text{m}$ )		
	$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{90}$
IOT Lama	2,17	11,65	35,61
IOT Seco	2,76	12,84	40,02
Cimento CPV-ARI	3,28	14,43	40,01

### 4.1.2 Difração de Raios X (DRX)

Os resultados de difração de raios-X indicaram a presença de quartzo, hematita, caulinita, goethita, clorita, biotita e talco (Figura 4.2).

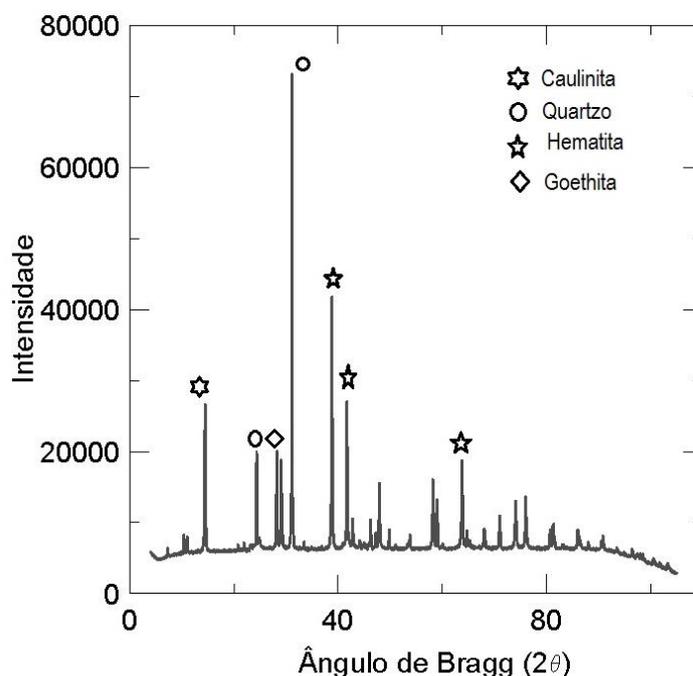


Figura 4.2: Difratograma da lama de rejeito de Conceição, Itabira, MG.

No trabalho de WOLFF (2009), os minerais identificados em Conceição foram a hematita, goethita, caulinita, quartzo, talco e muscovita. ANDRADE (2014) observou que as amostras de rejeito de minério de ferro que fazem parte do Complexo Itabirito, no QF, são compostas prioritariamente por quartzo e hematita, semelhante ao resultado encontrado na lama de Conceição II. As pequenas diferenças encontradas podem estar relacionadas, também, à amostragem do material.

O difratograma apresentado mostra que o IOT de Conceição apresenta alta cristalinidade. A análise de Rietveld indica que os minerais que apresentaram maiores proporções foram a hematita e o quartzo, mas que em menores proporções aparecem

também a caulinita e a goethita (ver Tabela 4.2). O teor de amorfos na amostra foi quantificado como nulo. O conteúdo encontrado da hematita, quartzo e da caulinita, estão de acordo com os resultados da composição química obtida por FRX método da pastilha fundido (Tabela 4.3).

**Tabela 4.2: Análise mineralógica quantitativa pelo método de Rietveld.**

<b>Mineral</b>	<b>Fórmula Química</b>	<b>Conteúdo (%)</b>
Quartzo	SiO <sub>2</sub>	31,5
Goethita	FeO(OH)	4,2
Hematita	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50,6
Caulinita	Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	9,5
Biotita 1M Mica	K(Mg,Fe <sup>2+</sup> ) <sub>3</sub> (Al,Fe <sup>3+</sup> )Si <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH,F) <sub>2</sub>	1,5
Clorita	(Mg,Fe) <sub>3</sub> (Si,Al) <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub> ·(Mg,Fe) <sub>3</sub> (OH) <sub>6</sub>	1,3
Talco	Mg <sub>3</sub> Si <sub>4</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub>	1,3

### 4.1.3 Massa Específica

A massa específica obtida para a lama de Conceição foi de 3,67 g/cm<sup>3</sup>. Esse resultado é semelhante ao obtido por GUIMARÃES (2011) que obteve um valor de 3,91 g/cm<sup>3</sup>. HERNANDEZ *et al.*, (2005) utilizaram uma amostra mineral constituída basicamente por hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e quartzo (SiO<sub>2</sub>) e obtiveram uma massa específica de 3,3 g/cm<sup>3</sup>. Como o rejeito de minério ferro é formado por hematita cuja massa específica dos grãos é em torno de 5,25 g/cm<sup>3</sup> e quartzo, com massa específica em torno de 2,65 g/cm<sup>3</sup> (PORTES, 2013), os mesmos tendem a apresentar uma faixa de variação da densidade dos grãos entre estes extremos (PEREIRA, 2005). A massa específica do cimento CPV-ARI foi de 3,20 g/cm<sup>3</sup>, resultado esperado para este material.

#### **4.1.4 Teor de Umidade/ Sólidos**

O resultado do teor de umidade da lama, seguindo procedimento NBR 9939: 2011 foi de 296,36 % com um desvio padrão de 29,98%. O teor de sólidos determinado na lama de rejeito de Conceição foi de 25,33% e o teor de líquido 74,4%.

#### **4.1.5 Composição Química**

##### *4.1.5.1 Composição Química do Rejeito*

Os resultados da composição química por meio dos métodos de preparo de amostrar em pastilhas fundidas e prensadas se encontram na Tabela 4.3.

No caso da preparação da amostra pelo método prensado, o valor observado de óxido de ferro foi de 40,65%, enquanto na preparação pelo método fundido foi de 50,96%. Quanto ao quantitativo do óxido de alumínio, o método fundido apresentou menor concentração, 7,92%, contra 12,23% pela técnica prensada. O teor do óxido de silício pelo método fundido foi também menor, 35,96%, enquanto que pela técnica prensada foi de 41,63%. Considerando que há diferenças de resultados entre as técnicas, ambas apresentaram semelhanças no total dos três principais compostos, ou seja, o quantitativo do  $Fe_2O_3$ ,  $Al_2O_3$  e do  $SiO_2$  foi de 94,84% no método fundido e 94,5% no método prensado.

Neste sentido, pode-se observar, que em ambos os métodos de preparação de amostras para a FRX, a composição química da lama de rejeito apresentou elevado teor de ferro, seguido de altas concentrações de silício e alumínio, que constituem as fases minerais destes materiais. Contudo, a variação nos teores pode ser explicada pelo método de preparação das amostras.

**Tabela 4.3: Composição química (em teor de óxidos) da lama de rejeito de Conceição, Itabira, MG, determinado pelo método Fundido e Prensado.**

Tipo de óxido	Conteúdo (%)	
	Fundido	Prensado
Óxido férrico (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	50,96	40,64
Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	7,92	12,23
Dióxido de silício (SiO <sub>2</sub> )	35,96	41,63
Óxido de magnésio (MgO)	0,43	0,76
Anidrido sulfúrico (SO <sub>3</sub> )	0,01	0,01
Óxido de fósforo (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	0,18	0,21
Óxido de manganês (MnO)	0,51	0,45
Óxido de titânio (TiO <sub>2</sub> )	0,15	0,13
Óxido de potássio (K <sub>2</sub> O)	0,18	0,19
Óxido de cálcio (CaO)	0,09	0,08
Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)	-	0,09
Perda ao fogo	3,50	3,50

O ponto negativo do método de preparação de pastilhas de pó prensado é possuir heterogeneidade das partículas, efeitos mineralógicos e alto coeficiente de absorção de massa ou efeito matriz, o que significa dizer que na técnica prensada há influência da matriz da amostra (viscosidade, tensão superficial, pressão de vapor, etc.) sobre o processo de medida da análise. Já a técnica de fusão mostrou-se a mais eficaz para remover completamente os efeitos de tamanho de grão e mineralógicos. Além disso, possibilita diluir a concentração da amostra com a finalidade de diminuir os efeitos de matriz.

GUIMARÃES (2011) caracterizou rejeitos de várias jazidas do Quadrilátero Ferrífero e obteve a composição química através do método espectrometria de plasma

da amostra de lama de Conceição, onde os teores apresentados foram: 43,83% de Fe, 24,06% de SiO<sub>2</sub>, 6,41% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 1,56% de Manganês. GOMES, TOMI e ASSIS (2015) utilizaram a espectrometria de fluorescência de raios X, pela técnica fundida para a caracterização dos finos de uma barragem de rejeito da mineração de ferro, onde os teores médios dos rejeitos foram 60,45% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9,0% de SiO<sub>2</sub>, 0,95% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 0,11 de Mn, sendo assim, praticamente todo ferro foi proveniente da hematita. WOLFF *et al.*, (2011) relataram que os rejeitos de minério de ferro ultrafinos obtiveram quantidades significativa do mineral ferro (44-65%), os resultados encontrados nesse trabalho estão em consonância com os existentes na literatura.

Os rejeitos de ferro contidos no trabalho de YANG, CUI e QIN (2015) apresentaram 36,48% de SiO<sub>2</sub>, 11,67% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 16,85% de CaO e 18,58% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A diferença no teor de ferro é devido ao local da procedência da amostra, sendo este localizado em Jiangsu, China. ZHONG-LAI *et al.*, (2009), utilizaram um rejeito de minério de ferro de Tangshan, China, em que apresentou alto teor de SiO<sub>2</sub> (>60%). No trabalho de KURANCHIE *et al.* (2015) o rejeito de minério de ferro da Austrália utilizado mostrou maior teor de sílica (57,31% de SiO<sub>2</sub>) e maior concentração de ferro (25,13% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Desta maneira, conclui-se que todos os rejeitos de minério de ferro estudados possuem em maiores proporções de minerais de quartzo e hematita.

O resultado da perda ao fogo (PPC) encontrada na amostra foi considerado baixo, indicando que o IOT pequenas perdas, devido a desidroxilação da goethita e da caulinita.

#### 4.1.5.2 Composição Química do Cimento

A composição química do cimento CPV-ARI está apresentada na Tabela 4.4. A composição química demonstrou que o cimento é composto, predominantemente, por óxido de cálcio e de dióxido de silício. NEVILLE (1997) diz que as matérias primas do cimento Portland consistem basicamente em calcário, sílica, alumina e óxido de ferro.

Pelo método fundido apresentou 64,17% de CaO contra 63,8% do método prensado. Quando ao conteúdo do SiO<sub>2</sub>, o método fundido apresentou também maior concentração, 18,65%, versus 17,80% pelo método prensado. Desta maneira, a variação obtida nos dois métodos é pequena e pode ser considerada como não significativa para o

cimento. Os resultados corroboram com os limites da composição em óxidos dos cimentos Portland (NEVILLE, 1997).

**Tabela 4.4: Composição química do cimento CPV-ARI pelo método fundido e prensado.**

Tipo de óxido	Conteúdo (%)	
	Fundido	Prensado
Óxido férrico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	2,95	2,6
Óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	4,90	4,98
Dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ )	18,65	17,80
Óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ )	0,65	0,74
Anidrido sulfúrico ( $\text{SO}_3$ )	2,57	3,82
Óxido de fósforo ( $\text{P}_2\text{O}_5$ )	0,25	0,26
Óxido de manganês ( $\text{MnO}$ )	0,11	0,1
Óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ )	0,23	0,21
Óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ )	0,71	0,82
Óxido de cálcio livre ( $\text{CaO}$ )	64,17	63,8
Óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ )	0,21	0,29
Perda ao fogo	4,1	4,1

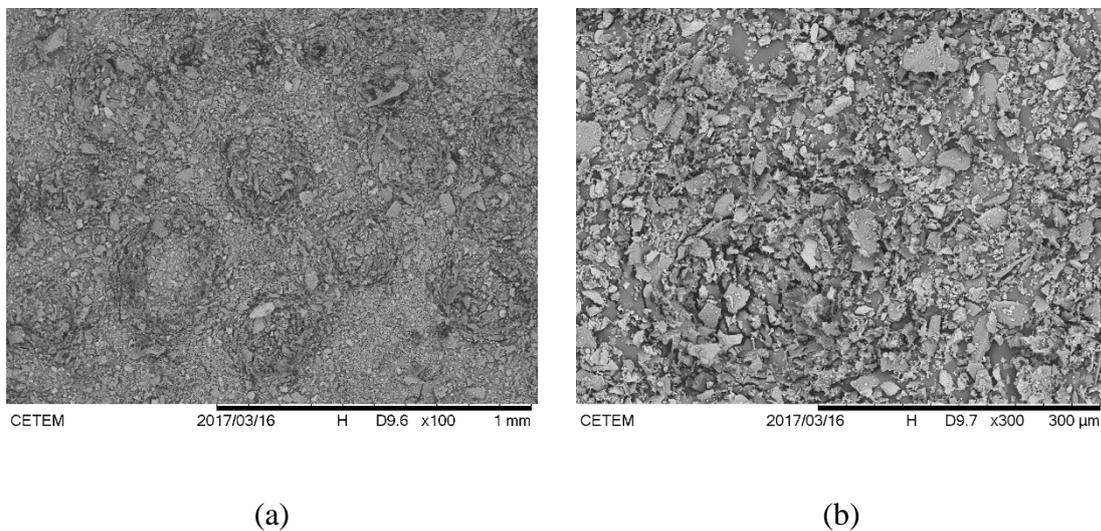
#### 4.1.6 pH

Após o recebimento da amostra, em polpa, procedeu-se medições do pH, que obteve uma média de 7,6, pH praticamente neutro. Correlacionando o valor detectado neste estudo com o estudo de WOLFF, (2009), pode-se dizer que os valores foram praticamente iguais (7,7), comprovando o resultado obtido.

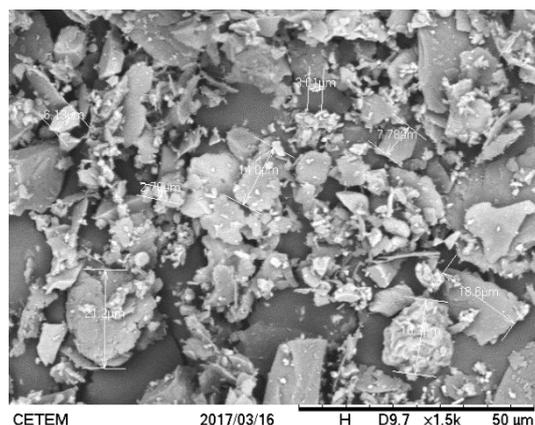
#### 4.1.7 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-EDS)

As análises por microscopia eletrônica de varredura MEV/EDS tiveram o objetivo de analisar as morfologias e as distribuições dos tamanhos das partículas.

Nas Figura 4.3 e Figura 4.4 é possível visualizar a amostra de rejeito em 3 ampliações, sendo assim, foi possível perceber que o rejeito é um material fino e com uma larga distribuição de tamanho de partículas, como detectado na granulometria, e aspectos morfológicos.

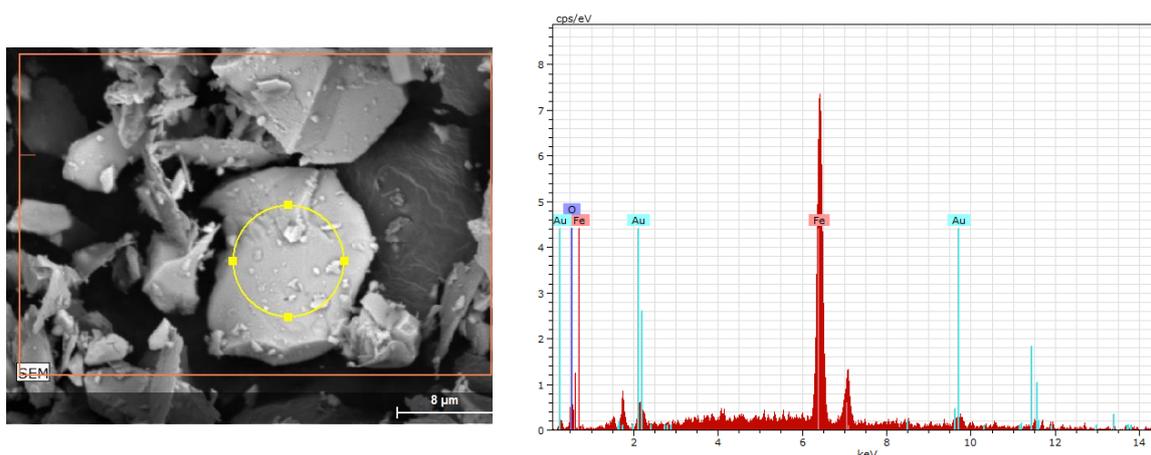


**Figura 4.3: Fotomicrografia MEV da fração do rejeito de Conceição II com (a) 100x e (b) 300x.**



**Figura 4.4: Fotomicrografia MEV da fração do rejeito de Conceição II x15000.**

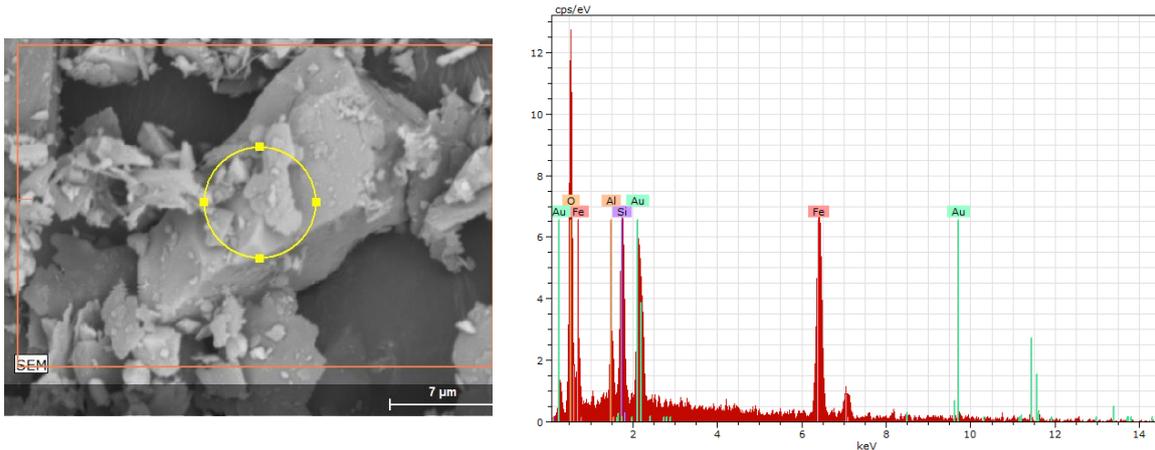
A seguir são apresentadas as fotomicrografias e os resultados das análises químicas para algumas partículas do rejeito. Na Figura 4.5 a fotomicrografia apresenta uma fase clara, de aproximadamente 20 μm, em que os resultados da composição química indicaram uma alta concentração de ferro – Fe. O EDS assinalado com um círculo mostrou a presença de 96,76% de Fe e 3,23% de O, indicando provavelmente ser uma hematita. ANDRADE (2014) relata que partículas de hematita são geralmente menores e tabulares.



**Figura 4.5: Fotomicrografia de partículas com elevado teor de ferro.**

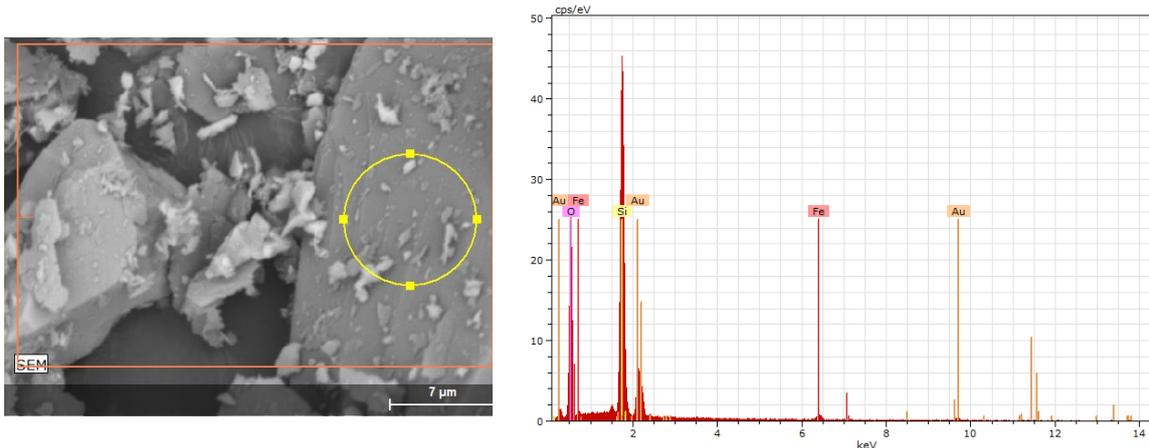
O EDS assinalado com um círculo na Figura 4.6 identificou a presença de 57,21% de Fe, 29,71% de O, 9,27 Si e 3,79 de Al. A partícula assinalada pode ser

identificada também como goethita, no entanto, a presença de outros elementos químicos na análise pode ser, provavelmente, devido ao feixe de raios-X que cobriu mais de uma partícula distinta, ou que, trata-se de partículas mistas, conforme saliente WOLFF (2009).



**Figura 4.6: Fotomicrografia com partículas de goethita.**

A Figura 4.7 mostra uma composição química no EDS de 55,32% de O, 39,32 % de Si e 5,34% de Fe. A imagem assinalada com um círculo por conter elevado teor de silício, provavelmente é um quartzo com uma pequena contaminação do ferro em sua partícula. Dados apontam que partículas maiores, subarredondados ou angulares são provavelmente quartzo. As micrografias obtidas corroboraram com os resultados já apresentados nesse trabalho, referentes ao tamanho da partícula, composição química e mineralógica do IOT.

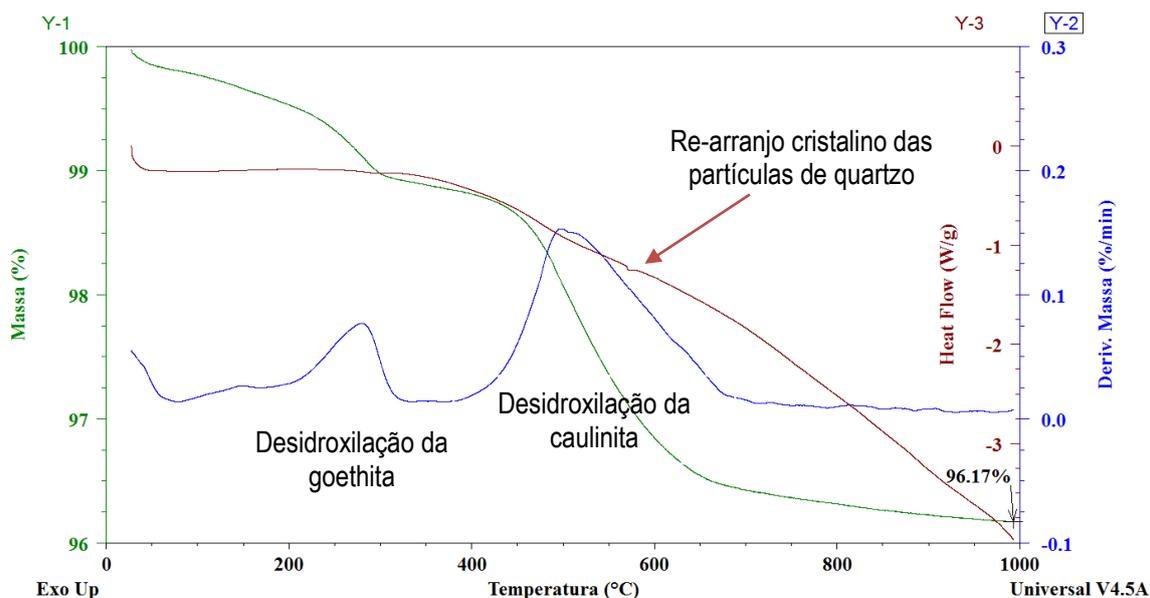


**Figura 4.7:** Fotomicrografia com partículas de quartzo.

## 4.1.8 Análise Térmica

### 4.1.8.1 Análise Térmica do Rejeito

A termogravimetria (TG) do rejeito de minério de ferro (Figura 4.8: Análise térmica (TD/DTG/DSC) do rejeito de minério de ferro. Figura 4.8) apresentou perdas de massa, e por consequência picos na curva de análise térmica diferenciais (DTG), devido à desidroxilação da goethita (250 – 300°C) e da caulinita (450 -550°C) (ALVES, 2008). DA SILVA (2014) observou uma perda de massa associada ao processo de desidroxilação da goethita, que se iniciou em torno de 270°C e terminou em torno de 390°C. Na calorimetria exploratória diferencial (DSC) pode-se ver a mudança estrutural do quartzo. O mesmo foi observado por NETZSCH:, (2014) citado por DA SILVA, (2014), onde mostraram que em torno de 575°C acontece um fluxo de calor endotérmico devido à transição estrutural  $\alpha \rightarrow \beta$  do quartzo. Os resultados de análise térmica corroboram com os resultados de composição mineralógica do IOT.



**Figura 4.8: Análise térmica (TD/DTG/DSC) do rejeito de minério de ferro.**

#### 4.1.8.1 Análise Térmica do Cimento

A Figura 4.9 apresenta o termograma com curvas de perda de massa (TGA), calorimetria exploratória diferencial (DSC) e derivada da perda de massa (DTG) do cimento CPV- Ari não hidratado. Entre as temperaturas de 35 e 200 °C ocorreu a desidratação da torbemorita (C-S-H) seguida da decomposição da etringita e gipsita, onde se verificou o primeiro pico (pico 1) na DTG. Entre 360 °C e 420 °C ocorreu a segunda perda de peso principal correspondente à desidroxilação do hidróxido de cálcio (CH), pico 2 na DTG. O terceiro pico (3) foi ocasionado devido a descarbonatação do carbonato de cálcio. Percebe-se que o pico do  $\text{CaCO}_3$  foi bem elevado, o mesmo acontece devido ao cimento CPV utilizado, que apresenta adição de *filler* calcário.

A Tabela 4.5 apresenta o conteúdo de percentual calculado na base inicial da massa de cimento, onde se verificou as perdas de massa de cada fase de reação.

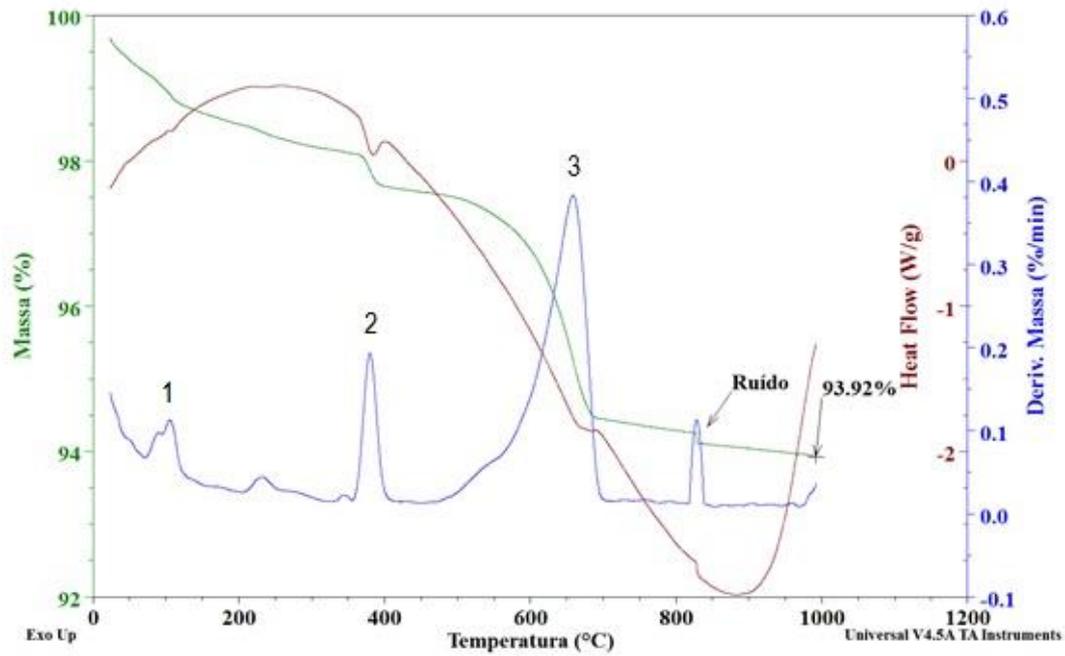


Figura 4.9: Análise térmica (TG/DSC/DTG) do cimento CPV- ARI.

Tabela 4.5: Conteúdo percentual calculado na base inicial da massa de cimento.

Amostra	H <sub>2</sub> O livre	H <sub>2</sub> O da desidratação da tobermorita, ettringita e gipsita (35 a 200° C)	H <sub>2</sub> O do Ca(OH) <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> do CaCO <sub>3</sub>	Outras perdas após da decarbonatação CaCO <sub>3</sub> – após 1000° C
CP V	0	0,98	0,52	3,21	0,42

## 4.2 PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO FRESCO

### 4.2.1 Propriedades Reológicas

#### 4.2.1.1 Reologia - Vane test

A tensão de escoamento estática foi determinada pelo pico de tensão de cisalhamento no estágio inicial, ou no pré-cisalhamento, conforme indicado na Figura 4.10. Notou-se que na medida em que há a incorporação de rejeito de minério de ferro (IOT) nas pastas, ocorre um acréscimo na tensão de escoamento, considerado como valor máximo da tensão de cisalhamento em que a amostra começa a fluir. Assim, a presença de 15% de IOT aumentou em quatro vezes o limite de escoamento da pasta de referência. Este aumento deve-se a adição de partículas finas, mais porosas, rugosas e angulares do IOT (ver Figura 4.3 e Figura 4.4) à pasta de cimento o que pode acarretar no aumento do atrito entre as partículas. Redução da trabalhabilidade de matrizes de cimento com o aumento do teor de IOT nas misturas foram também observadas nos estudos de ZHAO, FAN e SUN, (2014) e SHETTIMA *et al.*, (2016).

Na Tabela 4.6 são apresentados os valores médios da tensão de cisalhamento, bem como os coeficientes de variação e o tempo da tensão máxima. Ao se comparar a tensão de escoamento estático da mistura com adição do rejeito em forma de lama e seco, no mesmo teor de mistura (10%), obtiveram resultados de  $191,46 \pm 22,3$  Pa, e  $118,97 \pm 21,6$  Pa, respectivamente. Nota-se que a tensão é um pouco menor para a amostra seca, podendo estar relacionado a uma competição entre o cimento e o IOT seco pela água, além da possibilidade de uma pequena aglomeração das partículas que reduz a área superficial do IOT seco.

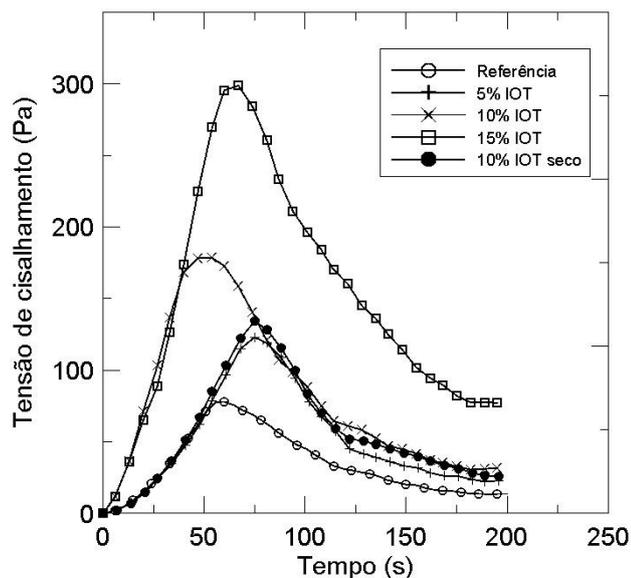
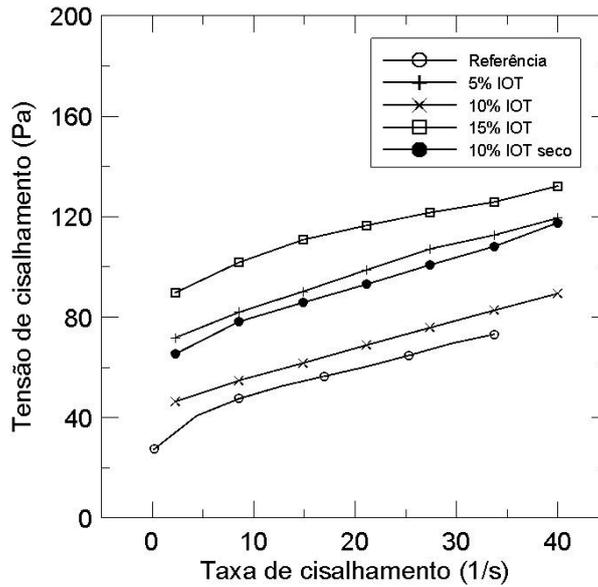


Figura 4.10: Curva de tensão típica e escoamento estático das pastas de cimento.

Tabela 4.6: Limite de escoamento estático ou tensão máxima no período de pré-cisalhamento, utilizando a pasta de 0%, 5%, 10%, 15% IOT lama e 10% IOT seco, com os respectivos desvios padrão na relação água: sólidos 0,45.

% IOT	Tensão de Escoamento Estática (Pa) – DP (%)	Tempo (s)
0	85,0 ±9,2	61,5 ± 2,1
5	118,9 ±5,8	80,5 ± 2,1
10	191,5 ±22,0	49,5 ± 0,7
15	348,6 ±49,0	62,7 ± 6,8
10% seco	118,9 ± 21,0	71,5 ± 4,5

Na Figura 4.11 apresentam-se as curvas da variação da tensão de cisalhamento com a taxa de cisalhamento. Nota-se que as curvas de fluxo se deslocam verticalmente aumentando a tensão de cisalhamento com o aumento do teor de IOT, mas a inclinação manteve-se praticamente constante.



**Figura 4.11: Resultados do trecho descendente da curva de Tensão de cisalhamento (Pa) x Taxa de Cisalhamento para diferentes misturas.**

A partir das curvas de fluxo determinou-se a tensão de escoamento dinâmica e a viscosidade plástica de cada mistura, conforme apresentado na Tabela 4.7. Os resultados mostraram que a adição de IOT influenciou mais a tensão de escoamento do que a viscosidade plástica. Esse comportamento está em consonância com o observado por de LARRARD (1999) que concluiu que a viscosidade plástica é menos afetada pelo uso de adições do que a tensão cisalhante.

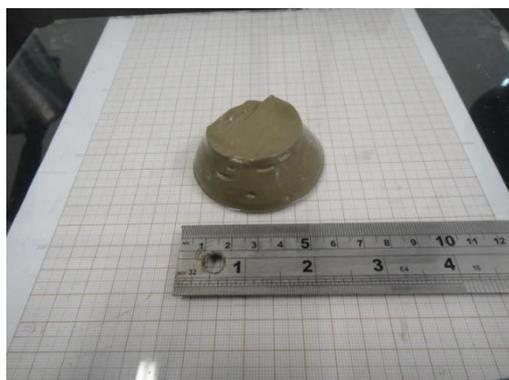
Além disso, é possível verificar que a tensão de escoamento dinâmica é menor do que a tensão de escoamento estática. Isto ocorre principalmente porque a tensão de escoamento dinâmica é obtida em fluxo no estado estacionário (LOMBOY *et al*, 2014). Não foram observadas diferenças expressivas na viscosidade dinâmica das misturas contendo IOT na forma de lama ou seco.

**Tabela 4.7: Tensão de escoamento dinâmica (Pa) e Viscosidade Plástica (Pa.s) das pastas de diferentes teores de IOT, com os respectivos desvios padrão na relação água: sólidos 0,45.**

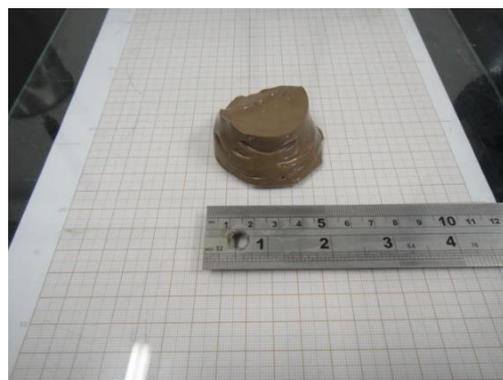
% IOT	Tensão de Escoamento Dinâmica (Pa) – DP (%)	Viscosidade Plástica (Pa.s)
0	46,79 ±11,87	1,05 ±0,04
5	71,12 ±0,68	0,99 ±0,33
10	66,25 ±30,0	1,00 ±0,14
15	148,17 ±45,0	1,23 ±0,17
10% seco	64,19 ± 0,64	1,23 ±0,06

#### 4.2.1.2 Mini Espalhamento

Na Figura 4.12 mostra-se os mini-espalhamentos para as misturas estudadas enquanto que na Tabela 4.8 apresentam-se os resultados obtidos. Observando-se os resultados nota-se que a adição do IOT às misturas reduz o espalhamento das mesmas e que a redução é mais expressiva para os teores mais altos de IOT. Por exemplo, a adição de 5%, 10% e 15% de rejeito reduziu o espalhamento da mistura de referência em 13%, 25% e 29%, respectivamente.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

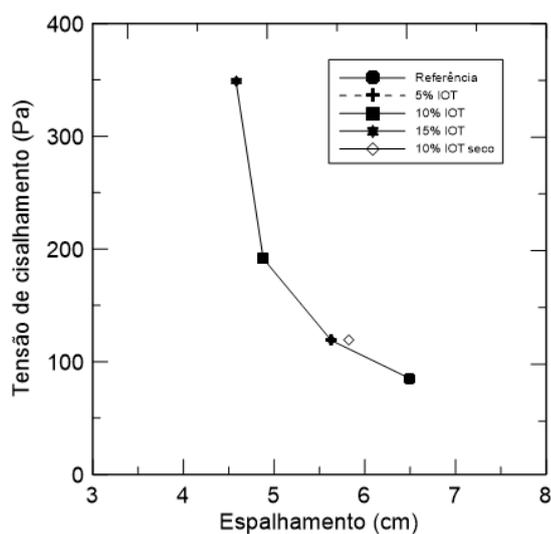
**Figura 4.12: Mini espalhamento das misturas (a) referência; (b) 5% de IOT; (c) 10% de IOT; (d) 15% de IOT; (e) 10% IOT seco.**

Na Figura 4.13 é apresentada a relação da tensão de cisalhamento (Pa) com o diâmetro de espalhamento (cm). Observando-se a figura nota-se que com a adição de IOT ocorre um aumento na tensão de cisalhamento com a redução no espalhamento da pasta. FLATT, LAROSA e ROUSSEAL (2006) mostraram comportamento similar para pastas de cimento. DE LARRARD (1999) também comenta que quando a tensão de escoamento aumenta, o espalhamento diminui, corroborando com os resultados obtidos.

Os resultados obtidos indicam que para fabricar matrizes de cimento-IOT de mesma reologia que matrizes apenas de cimento, haverá necessidade ou do aumento na quantidade de água ou da utilização de plastificantes/superplastificantes nas matrizes.

**Tabela 4.8: Média dos resultados do mini espalhamento utilizando a pasta de 0%, 5%, 10%, 15% IOT lama e 10% IOT seco, com os respectivos desvio padrão na relação a/c : 0,45..**

%IOT	Espalhamento (cm) – DP (%)
0	6,5 ±0,7
5	5,63 ±0,18
10	4,88 ±0,14
15	4,58 ±0,14
10% seco	5,83 ±0,14



**Figura 4.13: Relação entre tensão de cisalhamento estática (Pa) e o diâmetro de espalhamento (cm).**

### 4.2.1 Massa específica aparente no estado fluido

A Figura 4.14 apresenta os valores de massa específica aparente média no estado fluido das pastas. Os valores obtidos para as pastas com relação água: sólidos de 0,45, mostram que com o aumento do IOT na mistura ocorreu um acréscimo na massa específica de cerca de 4% para o teor de substituição de 10%. Este pequeno aumento da massa específica se dá devido a substituição do cimento por um material de maior

massa específica. Com a substituição de 15% de IOT, a massa específica permaneceu a mesma que o teor de 10% de substituição. O resultado obtido com 10% de IOT seco foi semelhante a 5% de substituição em forma de lama. Para as pastas com maior relação água: sólidos de 0,65, os resultados obtidos mostram acréscimo 3,5% na massa específica da pasta para o teor de 10% de IOT. Para os casos da relação água: sólidos 0,45 a massa específica foi maior que a relação 0,65 pois no sistema 0,65 estava mais diluído.

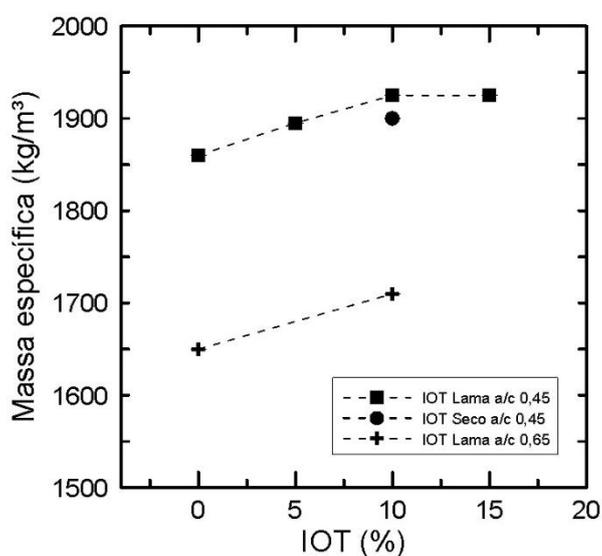


Figura 4.14: Massa específica das pastas obtido pelo método da balança de lama.

## 4.2.1 Estudo da hidratação das pastas contendo IOT

### 4.2.1.1 Calorimetria Isotérmica

Na Figura 4.15 são apresentadas as curvas de fluxo de calor e calor acumulado obtidas dos ensaios de calorimetria isotérmica para as pastas de referência e contendo 5%, 10% e 15% IOT para a relação água: sólidos de 0,45. A Tabela 4.9 apresenta as características do período de indução, do período de aceleração e o calor acumulado total das pastas.

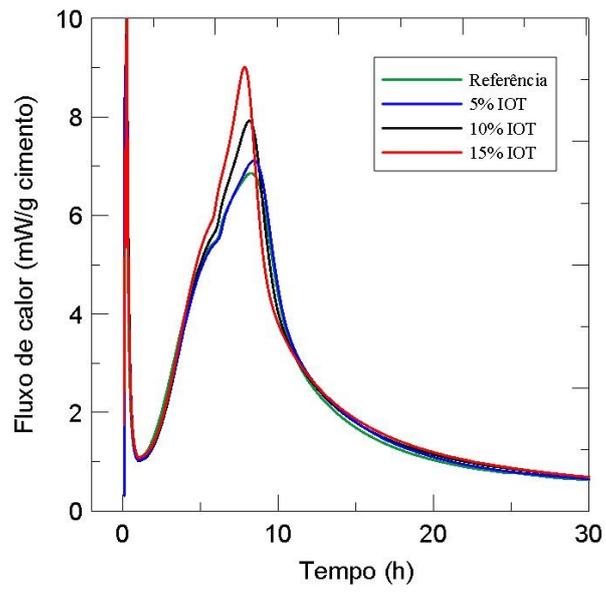
Observando-se as curvas da Figura 4.15b verifica-se que o início do período de dormência é suavemente retardado com a presença de IOT (5%, 10% e 15%). O período I, de indução, é também, brandamente prolongado com a presença do IOT, como pode ser observado na Tabela 4.9. Além disso, não houve alterações significativas no fluxo de calor nesse período nas misturas estudadas.

Em seguida, ocorre o período de aceleração, caracterizado pela hidratação do  $C_3S$ . A adição de IOT aumentou a taxa de reação, como pode ser observado na Tabela 4.9, e visualizado na Figura 4.15b, com o aumento da inclinação da curva de aceleração quando aumentou-se o teor de IOT. Logo a adição de IOT promoveu uma suave aceleração da reação de hidratação do  $C_3S$ .

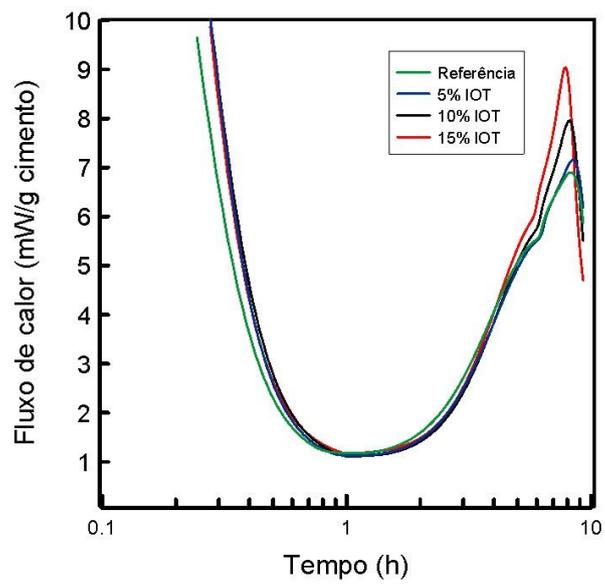
Entre 6 e 9 horas, há pico de exaustão do sulfato de cálcio, o qual faz com que a hidratação das fases aluminatos aceleram significativamente. Esse pico, caracterizado pela hidratação dos aluminatos, tornou-se mais pronunciado e foi antecipado a medida que se adicionou IOT, como pode ser observado na Figura 4.15a e b. O fluxo de calor máximo foi 30% maior na pasta com maior incorporação 15% de rejeito na mistura, em relação à pasta de referência. Essa mesma tendência foi verificada por LOTHENBACH, SCRIVENER e HOOTON (2011) quando adicionou *fillers*, tais como rutilo e corundum em pastas de cimento. A mudança na forma desse pico se dá devido ao efeito de nucleação, que é mais marcado na hidratação dos aluminatos do que na dos silicatos. Ainda segundo os autores, alguns tipos de *fillers* promovem esse tipo de nucleação dos hidratos que se formam durante a reação dos aluminatos. No entanto, ainda não houve alguma investigação sistemática dos parâmetros críticos, tal tamanho de partícula, cristalografia, etc, para explicar as razões desse fenômeno para alguns tipos de *fillers*.

No estudo em questão, pode-se dizer que a adição de IOT forneceu pontos de nucleação na pasta que acelerou suavemente a hidratação do  $C_3S$  e mais marcadamente a hidratação dos aluminatos. Conseqüentemente, como pode ser verificado na Tabela 4.9, o período de aceleração foi reduzido à medida que se adicionou IOT. Por fim, o período de desaceleração das reações de hidratação foi semelhante para todas as pastas.

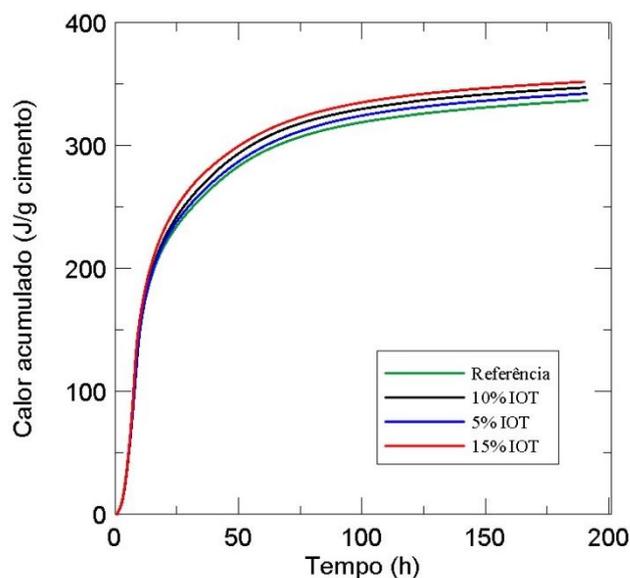
Em função da aceleração das reações de hidratação provocada pelo incremento do IOT na mistura, o calor total liberado aumentou da mesma maneira, ou seja, a pasta com maior teor de IOT apresentou maior calor total acumulado, 351,593 J/g.



(a)



(b)



(c)

**Figura 4.15:** (a) Curvas de fluxo de calor para as pastas de referência, 5%, 10% e 15% IOT; (b) Curvas de fluxo de calor nas primeiras 10 horas (c) Curvas de calor acumulado para as calor liberado acumulado para as pastas de referência, 5%, 10% e 15% IOT; na relação água: sólidos 0,45.

**Tabela 4.9:** Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 0%, 5%, 10% e 15% de substituição de cimento por IOT, com relação água/cimento de 0,45.

IOT (%)	PERÍODO DE INDUÇÃO		PERÍODO DE ACELERAÇÃO			Fluxo de Calor máximo (mW/g)	Calor Total acumulado (J/g)
	Duração (h)	Fluxo de Calor (mW/g)	Início (h)	Fim (h)	Taxa de Reação -k		
0	1,23	1,08	1,79	8,26	1,31	6,86	334,78
5	1,60	1,00	2,50	8,47	1,33	7,11	341,65
10	1,75	1,01	2,15	8,15	1,43	7,92	347,20
15	1,74	1,07	2,13	7,83	1,53	9,01	351,59

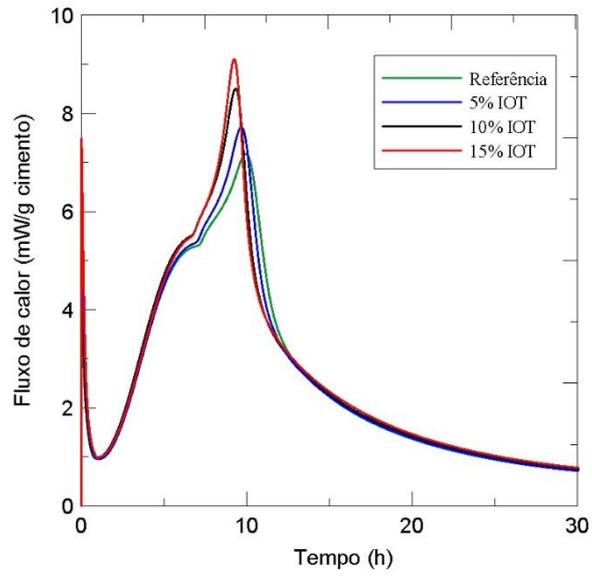
Na Figura 4.16 apresentam-se as curvas de fluxo de calor e calor acumulado obtidas dos ensaios de calorimetria isotérmica para as pastas de referência e contendo 5%, 10% e 15% IOT para a relação água/cimento de 0,65. Na Tabela 4.10 são apresentados os dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas de

referência e com 5, 10 e 15% de substituição de cimento por IOT com relação água: sólidos 0,65.

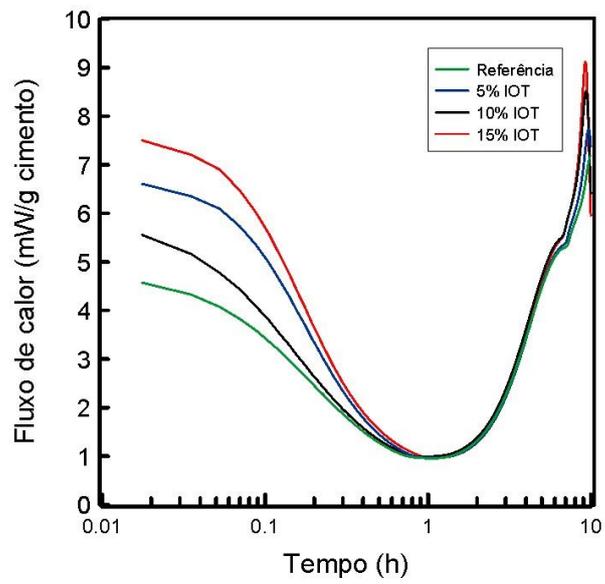
O aumento na relação água: sólidos aumentou o período de indução e de aceleração e reduziu suavemente o fluxo de calor mínimo e a taxa de reação do  $C_3S$ . Segundo SCRIVENER (2016), um decréscimo na relação água cimento reduz a cinética de hidratação nas primeiras fases, provavelmente devido à baixa concentração de álcalis na mistura.

No entanto, o fluxo de calor máximo e o calor acumulado total foram aumentados, em relação as pastas com relação água: materiais sólidos 0,45. De acordo com SCRIVENER (2016), para longos tempos de cura maior relação água: cimento aumenta o grau de hidratação pois mais água está disponível na mistura e a hidratação completa é mais facilmente alcançada. Se menos água é disponível menos espaço para os hidratos crescerem também acontece e isso também reduz a taxa de hidratação.

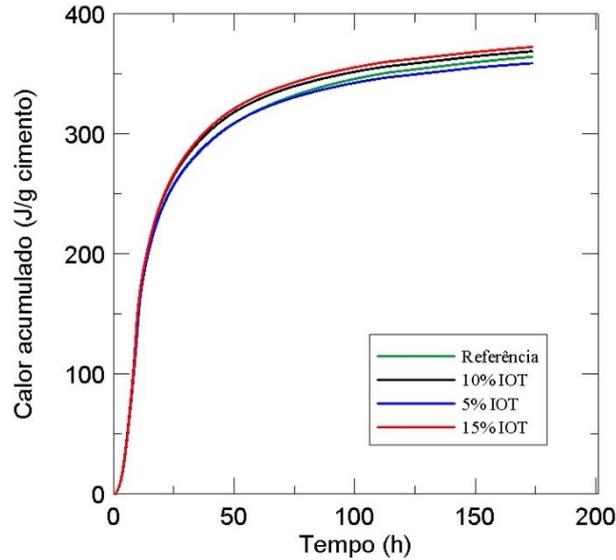
Em relação à adição de IOT na mistura, foi observada a mesma tendência para a pasta com relação água: materiais sólidos 0,45, ou seja, aumento no período de indução, taxa de aceleração e fluxo de calor máximo e redução no período de aceleração devido ao efeito de nucleação que promoveu aceleração das reações de hidratação.



(a)



(b)



(c)

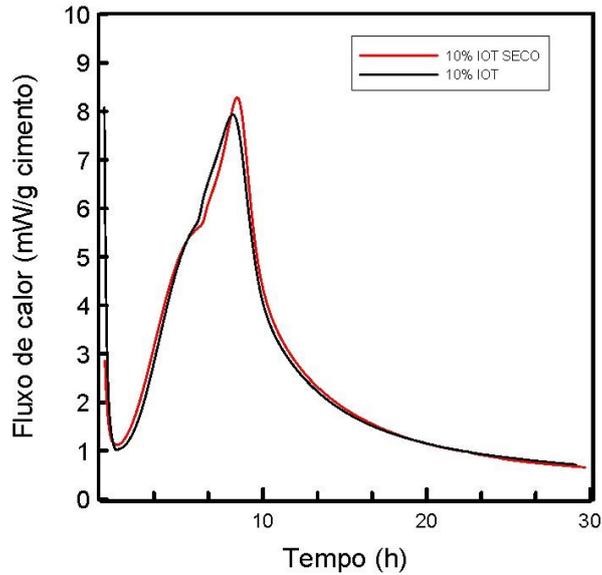
**Figura 4.16:** (a) Curvas de liberação de calor para as misturas Referência, 5% IOT, 10% IOT e 15% IOT, na relação água/cimento de 0,65. (b) Curvas de calor liberado acumulado para as misturas Referência, % IOT, 10% IOT e 15% IOT, na relação água: sólidos 0,65.

**Tabela 4.10:** Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 0%, 5%, 10% e 15% de substituição de cimento por IOT, com relação água/cimento de 0,65.

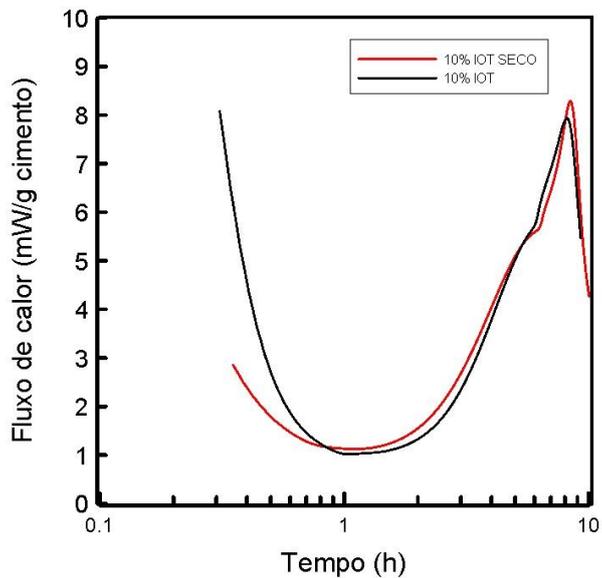
IOT (%)	PERÍODO DE INDUÇÃO		PERÍODO DE ACELERAÇÃO				Calor Total acumulado (J/g)
	Duração (h)	FLUXO DE CALOR (mW/g)	Início (h)	Fim (h)	Taxa de Reação -k	Fluxo de Calor máximo (mW/g)	
0	1,60	0,95	1,88	9,95	1,16	7,17	356,26
5	1,67	0,96	1,98	9,69	1,20	7,71	359,94
10	1,69	0,98	1,93	9,33	1,26	8,50	369,92
15	1,67	0,98	1,97	9,23	1,22	9,10	373,54

Na Figura 4.19 apresentam-se as curvas de fluxo de calor e calor acumulado obtidas dos ensaios de calorimetria isotérmica para as pastas de referência e contendo 10%, de IOT lama e 10% de IOT seco para a relação água: sólidos de 0,45. Na Tabela 4.11 são apresentados os dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 10% de IOT seco e lama com relação água: sólidos 0,45.

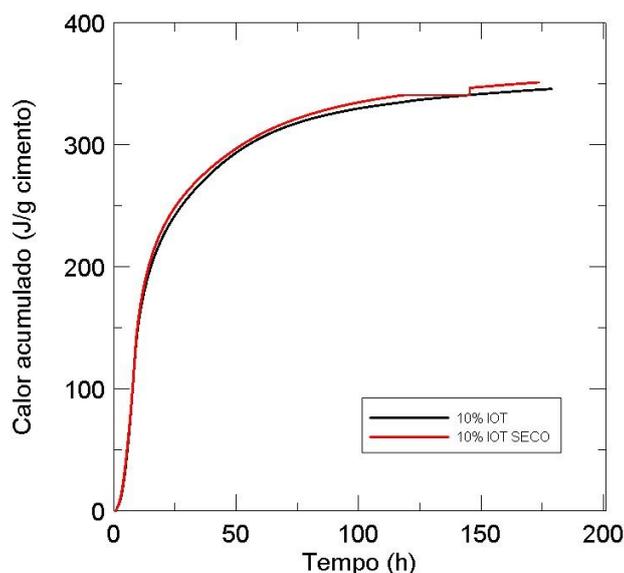
Quando se comparou a cinética das reações de hidratação entre o rejeito de minério de ferro em forma de lama e seco, verificou uma redução no período de indução e na taxa de aceleração. Houve também um pequeno aumento no fluxo de calor máximo no período de aceleração e no calor total acumulado, indicando que não houve diferenças relevantes entre a adição de IOT seco e IOT lama.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.17: (a) Curvas de liberação de calor para as misturas 10% IOT lama e seco. (b) Curvas de calor liberado acumulado para as misturas 10% IOT lama e seco, na relação água: sólidos 0,45.

Tabela 4.11: Dados dos períodos de hidratação e calor acumulado das pastas com 10% substituição de cimento por IOT em forma de lama e seco, com relação água/cimento de 0,45.

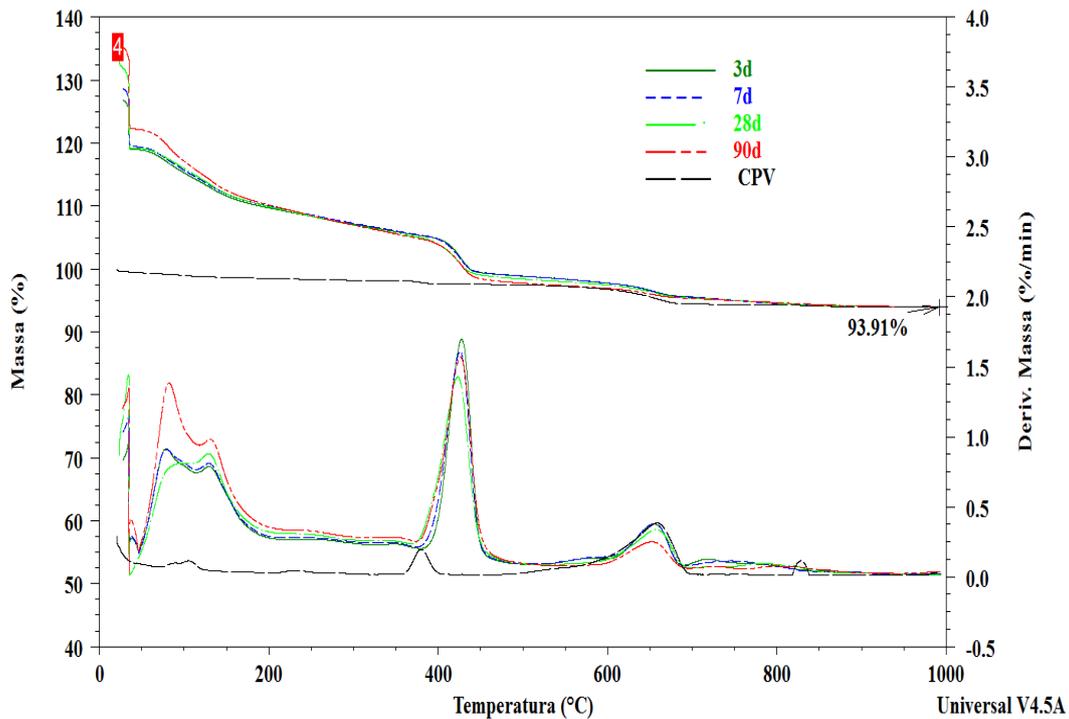
IOT (%)	PERÍODO DE INDUÇÃO		PERÍODO DE ACELERAÇÃO				Calor Total acumulado
	Duração (h)	FLUXO DE CALOR (mW/g)	Início (h)	Fim (h)	Taxa de Reação -k	Fluxo de Calor máximo (mW/g)	
10% lama	1,75	1,01	2,15	8,15	1,43	7,92	347,20
10% seco	1,59	1,12	1,83	8,13	1,35	8,66	348,58

#### 4.2.1.2 Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica

A Figura 4.18 apresenta os resultados das análises térmicas realizadas nas pastas hidratadas durante 3, 7, 28 e 90 dias. Em todas as curvas observa-se uma perda de massa inicial devido a evaporação da água livre existente nas pastas. Entre 35 e 200 °C ocorreu perda de massa referentes a desidratação do silicato de cálcio hidratado (C-S-H), da etringita, do monosulfoaluminato e do aluminato de cálcio. Nesse intervalo, verificou-se um primeiro ombro devido a desidratação da etringita e um segundo ombro

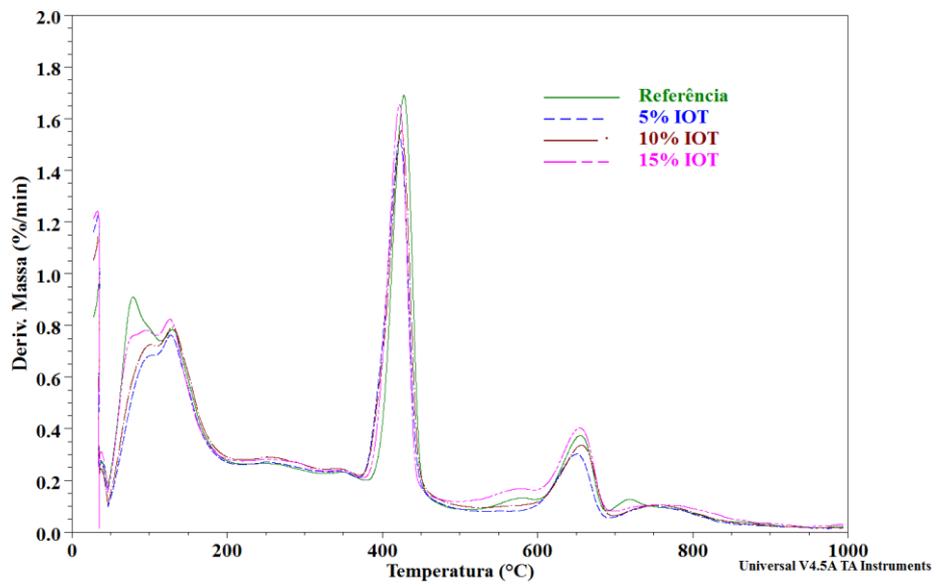
provavelmente devido a desidratação do monocarbonato (em aproximadamente 140°C), em função da utilização do cimento CPV, em que possui *filler* calcário (LOTHENBACH *et al*, 2006). A segunda perda de massa correspondeu a desidroxilação do hidróxido de cálcio ocorreu entre a faixa de temperatura de 360 ° C e 460 ° C. Na temperatura de 600 ° C iniciou a descarbonatação do carbonato de cálcio presente no CPV ARI (CaCO<sub>3</sub>) (DA CUNHA *et al.*, 2011).

Quando se compara a curva da DTG do cimento não hidratado com a das pastas de cimento se percebe um retardo na curva de desidratação do hidróxido de cálcio. Isto ocorre devido à forte força existente entre as partículas na pasta, o que requer mais energia (calor) para iniciar a perda de água.

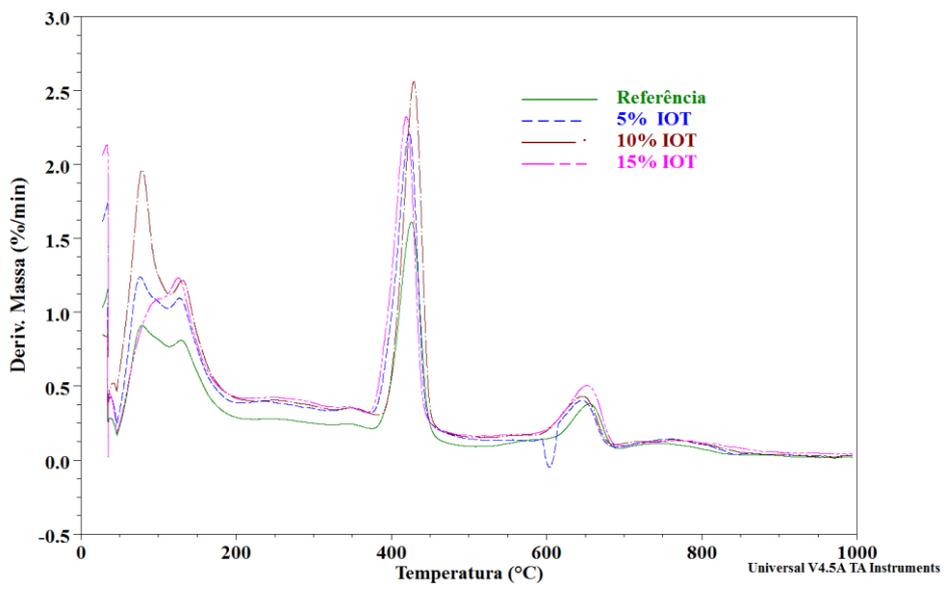


**Figura 4.18: Curvas da TG e DTG do cimento não hidratado e após 3, 7, 28 e 90 dias de hidratação das pastas de referência.**

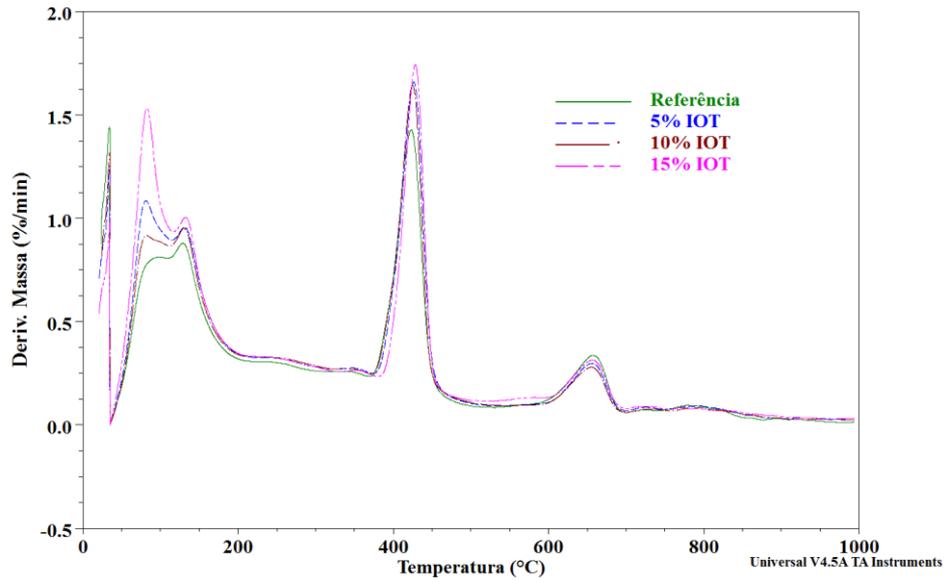
As curvas de TG e termogravimetria derivada (DTG) obtidas para as pastas de referência e com substituição de 5%, 10% e 15% de cimento por IOT, curadas por 3,7, 28 e 90 dias de cura são apresentadas na Figura 4.19



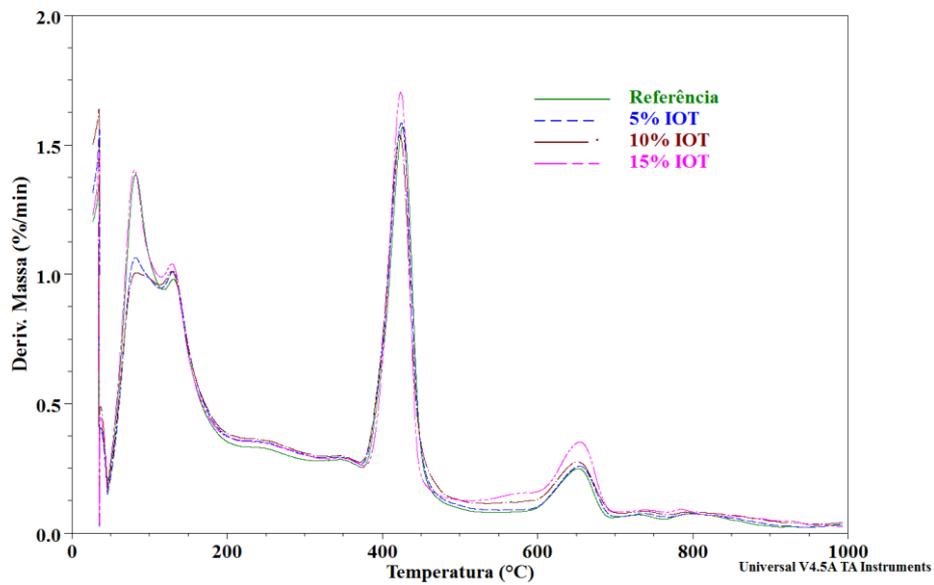
(a) 3dias



(b) 7dias



(b) 28dias



(d) 90dias

**Figura 4.19: Curvas de DTG para as pastas com substituição de 0%, 5%, 10% e 15% curadas por (a) 3d (b) 7d (c) 28d (d) 90d.**

Segundo LEE e RAO (2009) citado por ARGANE *et al.* (2015), se as posições dos picos exotérmicos para todas as pastas forem semelhantes, significa que os produtos de hidratação são aproximadamente os mesmos. Assim sendo, para as diversas idades avaliadas, as curvas das pastas curadas com substituições do rejeito pelo cimento obtiveram basicamente os mesmos picos indicando que a utilização do rejeito nas pastas não mudou os produtos de hidratação. Todas as pastas com IOT, assim como a pasta de referência, apresentaram um ombro referente à desidratação do C-S-H; em seguida o ombro formado devido à desidratação do monocarbonato; o segundo pico devido a desidroxilação do CH; e um terceiro pico devido a descarbonatação do carbonato de cálcio.

Na Tabela 4.12 são apresentados os resultados do percentual de água combinada em cada fase de reação, calculados na base inicial da massa de cimento. Os resultados obtidos mostram o aumento da quantidade de água combinada com a etringita + C-S-H e CH com o tempo de cura devido ao progresso das reações de hidratação.

A água livre presente nas amostras é uma água residual não removida durante a interrupção da hidratação. O valor da água livre aumentou com o tempo, pois com o endurecimento, o material se torna mais denso e há maior dificuldade para a remoção da água livre. Mesmo com água livre residual, a interrupção da hidratação é recomendada por muitos pesquisadores, como SCRIVENER (2016) e ROCHA (2015) por facilitar a logística de execução dos ensaios, ou seja, as amostras podem ser armazenadas após a interrupção da hidratação e a termogravimetria realizada posteriormente.

**Tabela 4.12: Conteúdo percentual de hidratação, calculado na base inicial da massa de cimento.**

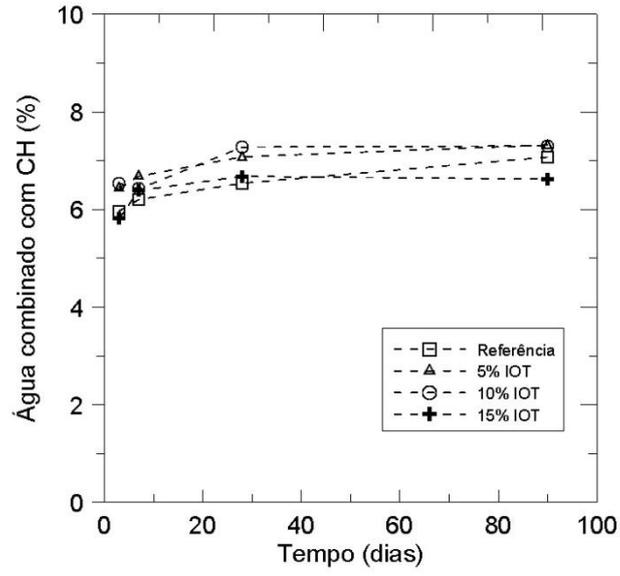
% IOT	Idade	H <sub>2</sub> O livre	H <sub>2</sub> O Tob+Etring	H <sub>2</sub> O de outros Hidróxidos	H <sub>2</sub> O do CH	Água total combinada
0	3	7,89	8,18	3,87	5,97	18,03
	7	9,86	8,53	4,07	6,21	18,80
	28	13,73	8,34	4,28	6,54	19,16
	90	13,83	11,15	4,83	7,08	23,05
5	3	9,80	6,70	3,78	6,45	16,93
	7	9,38	8,38	3,67	6,68	18,74

	28	11,52	9,85	4,17	7,08	21,11
	90	15,02	10,39	5,04	7,32	22,76
	3	10,07	7,32	4,04	6,54	17,90
10	7	8,20	10,46	4,36	6,42	21,24
	28	11,90	9,29	4,61	7,28	21,18
	90	15,60	10,36	5,13	7,31	22,80
	3	8,22	7,92	4,05	5,82	17,79
15	7	10,50	7,36	4,02	6,39	17,77
	28	10,17	11,58	4,74	6,68	23,00
	90	12,63	11,47	5,08	6,62	23,17

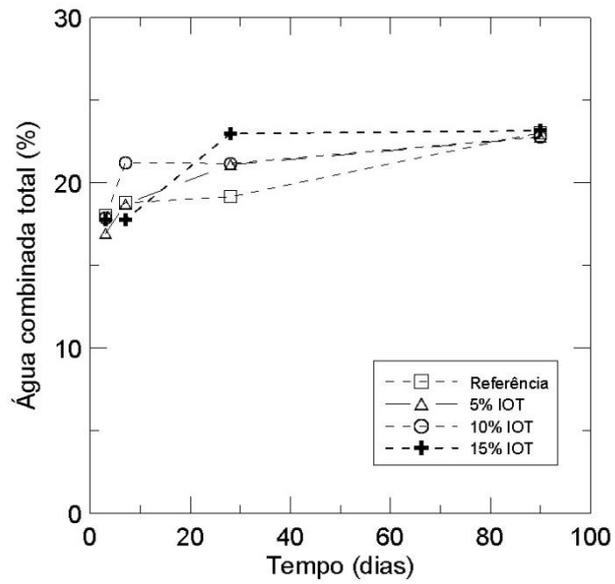
A Figura 4.20 apresenta a evolução da quantidade de água combinada com o CH e da quantidade de água combinada total para as amostras estudadas. A quantidade de CH e de água aumentou com a evolução do tempo de cura para todos os teores de substituição.

A perda de água combinada total e a perda de água devido a desidroxilação do CH variaram pouco entre as pastas com adição de IOT para as diferentes idades avaliadas. As variações máximas observadas entre os teores de água combinada com o hidróxido de cálcio e água combinada total variaram +/-5% e segundo SCRIVENER, 2016, esta variação está dentro do erro presente no ensaio. Como nessa pesquisa foi feita apenas uma análise por pasta e por idade, com a pequena variação detectada não foi possível verificar um padrão de perda de massa quando se adicionou IOT para as diferentes idades avaliadas. Isso indica que o IOT se comporta como *filler* em matrizes cimentíceas, não alterando significativamente os tipos e a quantidade de produtos hidratados formados.

Além disso, apesar do IOT ter promovido aceleração das reações de hidratação nas primeiras idades, não foi possível detectar esse fenômeno na análise térmica, que teve sua primeira análise realizada aos 3 dias.



(a)



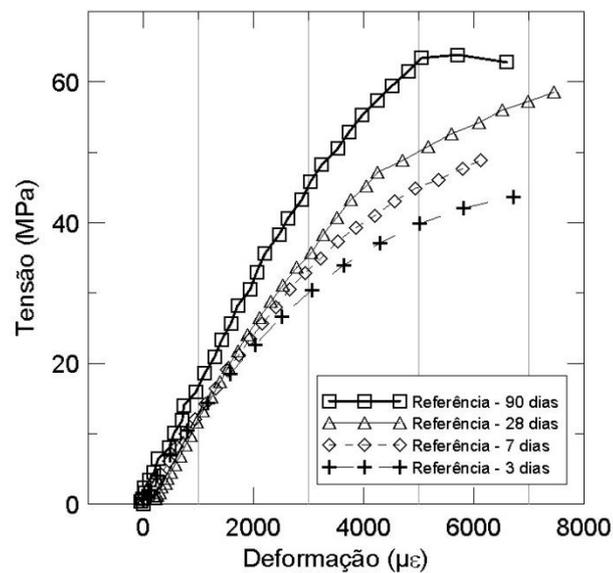
(b)

Figura 4.20: Conteúdo de (a) água combinada com CH e (b) água total combinada;

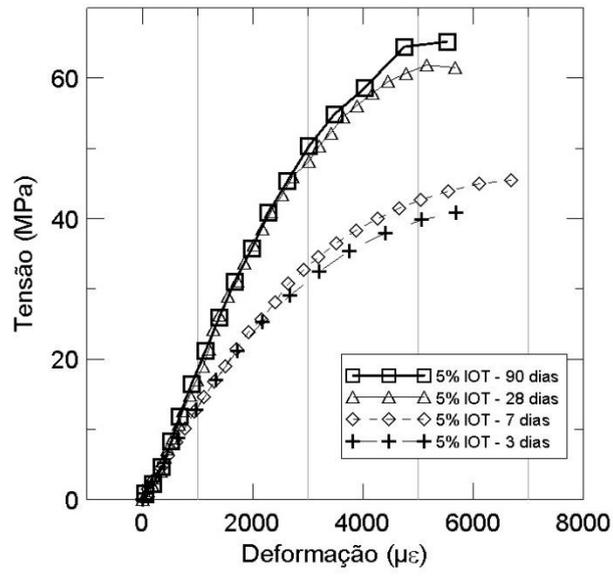
## 4.3 PROPRIEDADES DAS PASTAS NO ESTADO ENDURECIDO

### 4.3.1 Propriedades Mecânicas

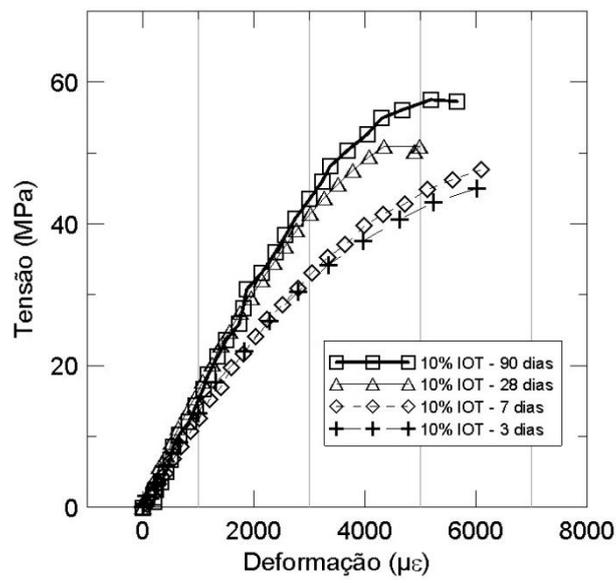
Na Figura 4.21 são apresentadas as curvas típicas tensão *versus* deformação das pastas com relação água: sólidos 0,45 curadas durante 3, 7, 28 e 90 dias. A Tabela 4.13 apresenta os valores médios de resistência à compressão e módulo de elasticidade com seus respectivos desvios padrões.



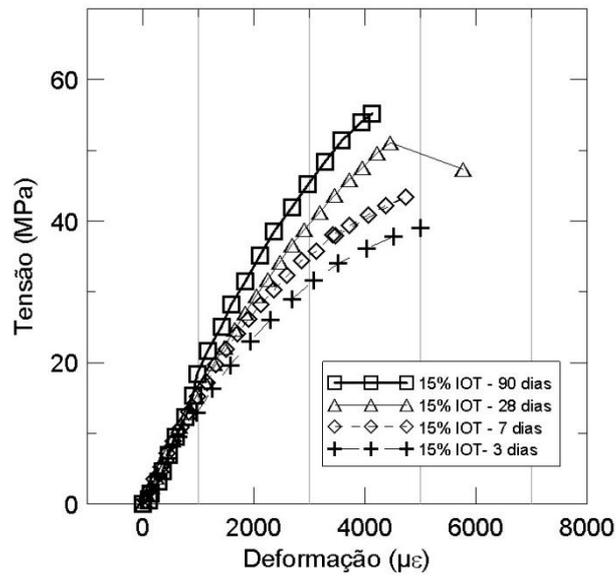
(a) Referência



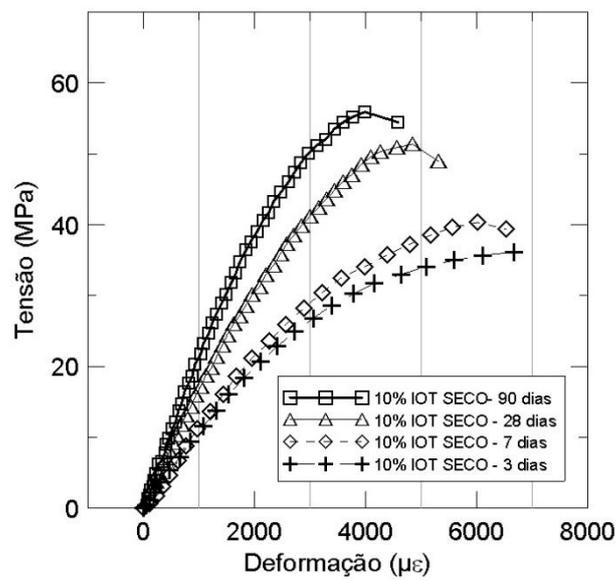
(b) 5% de IOT



(c) 10% de IOT



(d) 15% de IOT



(e) 10% de IOT seco

**Figura 4.21:** Curvas típicas tensão *versus* deformação das pastas nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias (a) Referência; (b) 5% de IOT; (c) 10% de IOT; (d) 15% de IOT e (e) 10% de IOT seco, na relação água: sólidos 0,45.

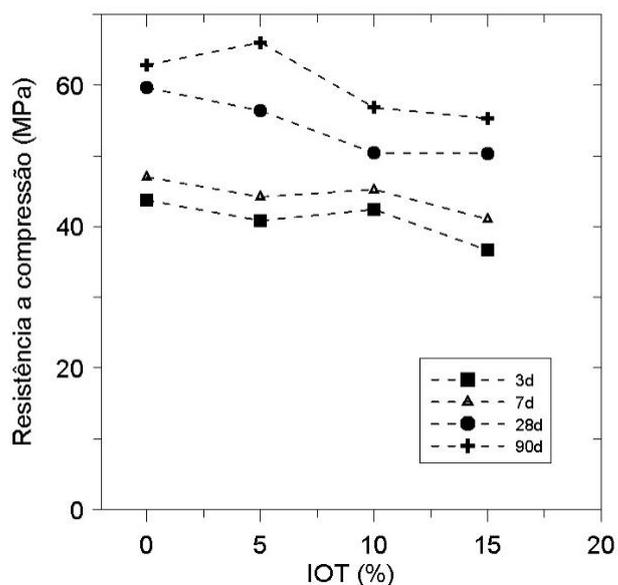
**Tabela 4.13: Valores médios de resistência à compressão e módulo de elasticidade para as pastas de referência e as pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro em forma de lama e substituição do cimento por 10% do rejeito de minério de ferro na forma seca, na relação água: sólidos 0,45.**

<b>% IOT</b>	<b>Resistência à Compressão (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>
3 dias		
0	43,71±1,85	12,16±0,93
5	40,84±1,11	13,77±1,02
10	42,41±2,61	12,84±1,19
15	36,66±2,35	11,65±0,76
10% IOT SECO	34,01±1,71	11,35±1,13
7 dias		
0	47,00±2,11	15,60±4,75
5	44,19±3,03	15,11±2,95
10	45,23±4,51	13,04±1,21
15	41,04±2,71	14,39±1,46
10% IOT SECO	40,50±1,43	-
28 dias		
0	59,63 ±3,72	14,08 ±2,10
5	56,38 ±5,01	15,94 ±0,59
10	50,40 ±2,76	16,32 ±0,39
15	50,36 ±2,08	15,16 ±0,49
10% IOT SECO	52,31±3,48	-
90 dias		
0	62,84 ±0,32	17,77±1,64
5	66,04±1,81	17,71±2,60
10	56,84±2,70	17,33±1,07
15	55,29±2,20	17,68±1,82
10% IOT SECO	54,18±2,34	-

Observando-se os dados da Tabela 4.13 e da curva da evolução da resistência à compressão em função do tempo de cura para os diferentes teores de rejeito de minério de ferro (IOT), (ver Figura 4.23Figura 4.24) verifica-se que, à medida que se aumentou o teor de IOT na mistura ocorre uma tendência de redução na resistência à compressão da mistura de referência. Para as idades de 3 e 7 dias e teores de 5 e 10% essa redução foi de, no máximo, 7%. Para o teor de substituição de 15% a redução na resistência até a idade de 7 dias atinge cerca de 15%. No trabalho realizado por UGAMA, EJEH e AMARTEY, (2014), os autores também obtiveram menores reduções nas resistências a compressão das misturas quando houve a incorporação do IOT primeiras idades, 1, 3 e 7 dias.

Para as maiores idades (28 e 90 dias), a pasta contendo 5% de IOT apresentou tanto um pequeno acréscimo (de cerca de 6% para a idade de 90 dias) quanto uma pequena redução (de cerca de 6% para a idade de 28 dias). Os maiores teores de substituição (10% e 15%) de IOT, resultaram em reduções de resistência de aproximadamente 16% para a idade de 28 dias e de 10 e 12% para a idade de 90 dias. HUANG *et al.*, (2013) concluíram que quando se aumenta a substituição de IOT nas misturas também se reduz a resistência à compressão das mesmas.

A redução na resistência pode estar associada a redução do teor de cimento e inclusão de um material não reativo. Nas primeiras idades o IOT promoveu alguma aceleração nas reações de hidratação e, possivelmente, um melhor empacotamento pela pequena parcela de grãos mais finos que o cimento. Isto fez com que a resistência das pastas com 5 e 10% de IOT alcançassem aproximadamente a mesma resistência da pasta de referência. Já para 15% de IOT houve grande substituição do cimento, assim a aceleração da hidratação promovida pelo IOT não conseguiu compensar a redução na quantidade de cimento na pasta.



**Figura 4.22:** Resistência à compressão das pastas de referência e das pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,45.

Na Figura 4.23 é apresentada a evolução dos módulos de elasticidade. É possível perceber que houve uma evolução nos valores entre as diferentes idades de cura, no entanto, quando se comparou os módulos com diferentes teores de substituição percebeu-se que o incremento de IOT não alterou o módulo significativamente.

Os resultados obtidos quando se adicionou o IOT seco foi uma menor resistência quando comparadas a pasta com IOT lama, principalmente nas primeiras idades. Esta queda pode estar relacionada a aglomeração das partículas, que conseqüentemente não conseguiu promover a aceleração das reações de hidratação, pois os núcleos não estavam dispersos na matriz. No entanto, para as idades de 28 e 90 dias de cura, a pasta com IOT seco apresentou valores de resistência similares a pasta com IOT lama, 10%. Quanto ao módulo de elasticidade, os valores foram bem semelhantes para as pastas de 3 dias, por isso, espera-se que não haja alterações nos módulos para outras idades, já que, houveram problemas na aquisição de dados para as idades de 7, 28 e 90 dias nas pastas com 10% IOT seco.

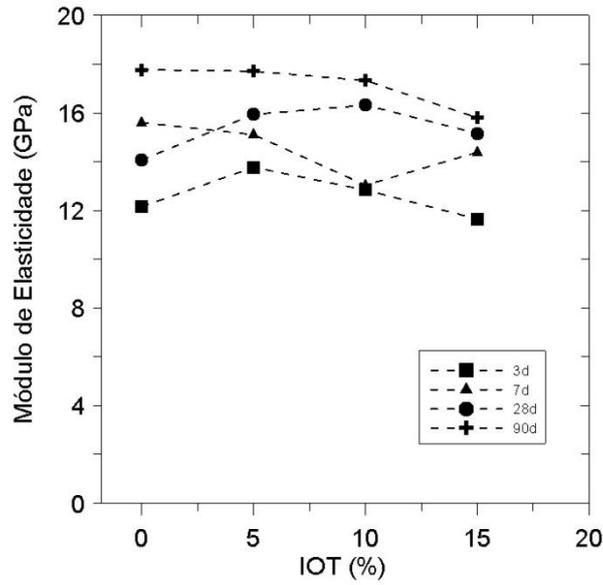


Figura 4.23: Módulo de elasticidade das pastas de referência e das pastas com 5%, 10% e 15% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,45.

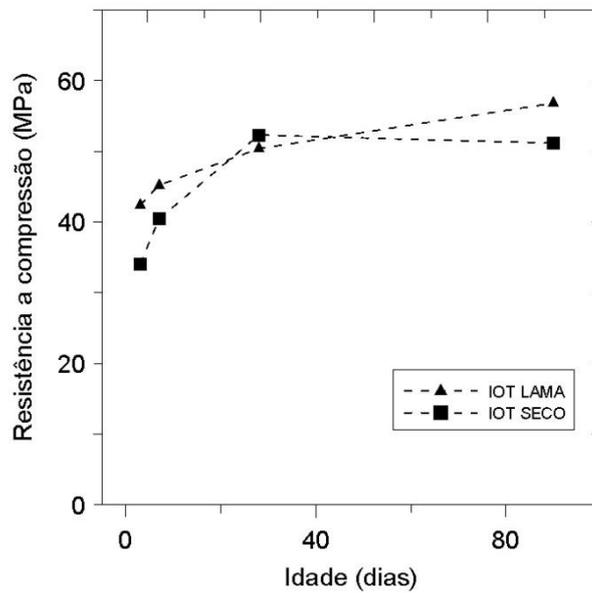


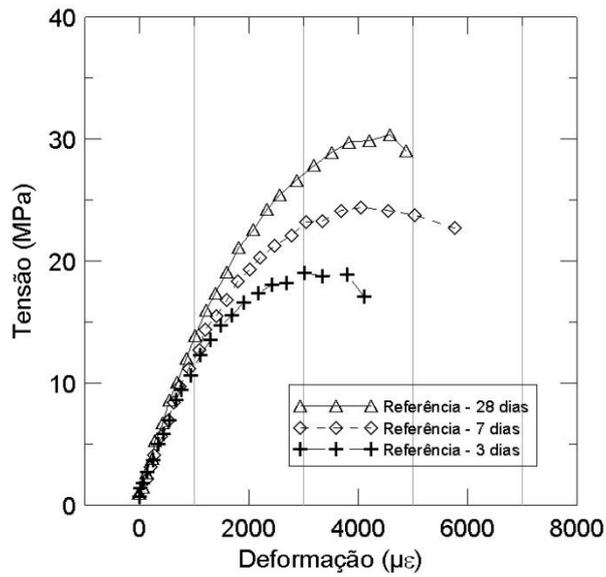
Figura 4.24: Resistência à compressão das pastas com 10% de rejeito de minério de ferro, na forma seca e na forma de lama, na relação água: sólidos 0,45.

Além do exposto, também foram determinadas as resistências a compressão das pastas com relação água: sólidos de 0,65. A Tabela 4.14 apresenta os valores médios encontrados para as pastas de referência e para as pastas com 10% de IOT. Observou-se que a resistência reduziu em cerca de 40-50%, com o aumento da relação água materiais sólidos, conforme já esperado. Para um mesmo volume de cimento, a pasta com maior quantidade de água terá um maior volume de espaço disponível. A Figura 4.25 apresenta as curvas típicas da tensão *versus* deformação adquirida nas pastas com substituição de 0% e 10% de IOT curadas em 3, 7 e 28 com relação água: sólidos 0,45. Verificou-se que quanto maior a relação água sólidos, maior é o enfraquecimento da matriz.

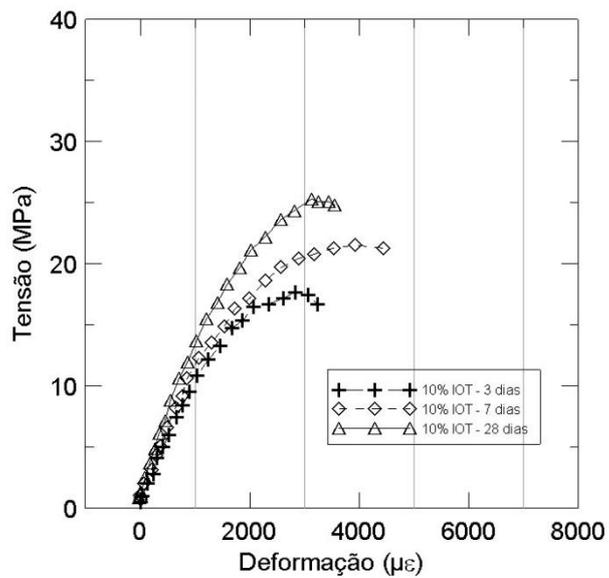
Com relação ao módulo de elasticidade, a variação entre as pastas sem e com rejeito curadas em diferentes idades variou em 0,5-9%, logo, não se observou diferença nos valores encontrados, conforme apresentado na Tabela 4.14. Para a idade de cura de 3 dias, a diferença encontrada foi muito pequena, tanto na resistência, quanto no módulo de elasticidade. A diferença se torna um pouco maior nas idades de 7 dias e ainda maior em 28 dias de cura.

**Tabela 4.14: Valores médios de resistência à compressão e módulo de elasticidade para as pastas de referência e as pastas com 10% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro em forma de lama, na relação água: sólidos 0,65.**

% IOT	Resistência à Compressão (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)
3 dias		
0	18,44 ±1,22	11,42 ±0,73
10%	17,42 ± 0,92	11,48 ±0,97
7 dias		
0	23,41 ±0,80	12,71 ±0,54
10% IOT SECO	20,07 ±1,07	11,51 ±0,52
28 dias		
0	29,96 ±1,13	13,18 ±0,72
10% IOT SECO	25,94 ±1,39	12,25 ±0,39

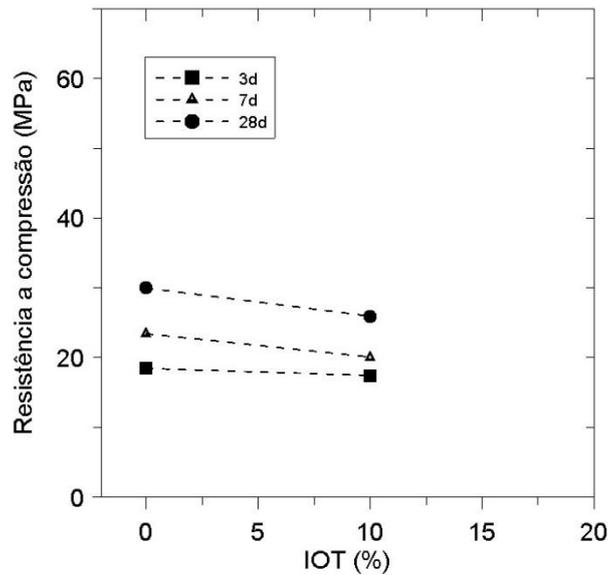


(a)



(b)

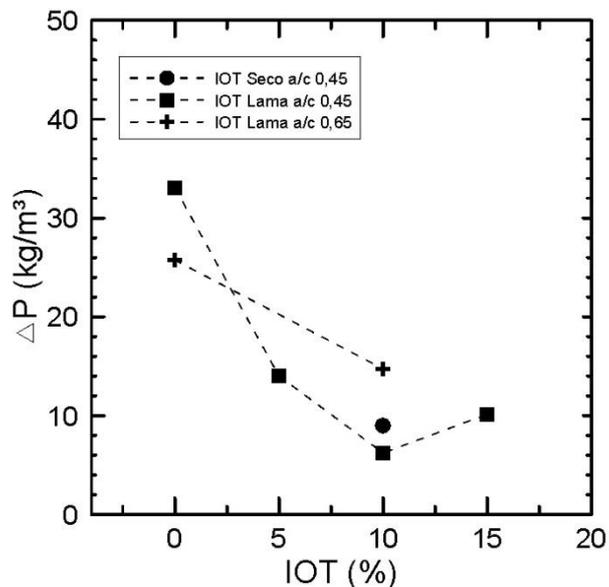
Figura 4.25: Curvas típicas tensão *versus* deformação das pastas nas idades de 3, 7, 28 e 90 dias (a) Referência; (b) 10% de IOT, na relação água: sólidos 0,65.



**Figura 4.26:** Resistência à compressão das pastas de referência e das pastas com 10% de substituição do cimento pelo rejeito de minério de ferro, na relação água: sólidos 0,65.

### 4.3.2 Sedimentação Estática ou Estabilidade

Os resultados de sedimentação estática das pastas estão apresentados na Figura 4.27. Os resultados mostram que as pastas não apresentaram diferenças significativas na variação de massa entre o topo e o fundo ( $\Delta\rho$ ), e portanto, as mesmas são consideradas estáveis. Além disso, não houve rebaixamento no topo dos corpos-de-prova, mostrando estabilidade dimensional. Além disso, as pastas com IOT foram mais estáveis que as pastas de referência ( $< \Delta\rho$ ). Este fato demonstra o potencial do IOT para utilização em matrizes onde a estabilidade precisa ser mantida, tais como concretos- auto adensáveis, pastas para cimentação de poços de petróleo, entre outros.



**Figura 4.27: Variação de massa específica entre o topo e a base das amostras curadas com substituições do 10% com IOT seco, e com as substituições de 0, 5, 10 e 15% de IOT em lama, nas relações água: sólidos 0,45 e 0,65.**

A Tabela 4.15 apresenta os resultados das massas específicas do topo da seção do corpo-de-prova, seguida da seção I, II e base das amostras de todas as misturas. Além disso, apresenta-se a média da massa específica dos três corpos de prova de cada cilindro das pastas.

A média da massa específica das misturas com substituições de 10 e 15% foram maiores quando comparadas a pasta sem o rejeito (referência) e com 5% e de rejeito de minério de ferro. Este resultado se encontra coerente com o resultado encontrado na seção 4.1.2, que mostra uma massa específica do IOT é superior à massa do cimento utilizado. As pastas com 10 e 15% de substituição do rejeito não apresentaram variação na massa específica entre elas. Para as amostras utilizando o IOT seco houve uma redução na massa específica em relação à pasta com 10% de IOT na forma de lama pois, possivelmente, pode ter algum ar aprisionado nas pastas.

Com o aumento na relação água sólidos de 0,65, como esperado, ocorreu uma redução da massa específica quando se compara as pastas das misturas da relação 0,45. Para a pasta com relação água sólidos 0,65, utilizando o IOT seco, também foi

observado um aumento na massa específica quando se aumentou o teor de substituição do cimento.

**Tabela 4.15: Resultados das massas específicas de cada seção do cilindro das misturas, e sua média final.**

Misturas		$\rho_{\text{topo}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{I}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{II}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{base}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\Delta\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Média (kg/m <sup>3</sup> )	
Relação a/c= 0,45	IOT LAMA	Referência	1890	1890	1910	1920	30	1900
		5% IOT	1900	1920	1920	1920	-10	1910
		10% IOT	1960	1970	1970	1970	-10	1970
		15% IOT	1970	1970	1970	1960	-10	1970
	IOT SECO	10% IOT	1900	1910	1910	1910	10	1910
Relação a/c= 0,65	IOT LAMA	Referência	1700	1720	1720	1730	30	1720
		10% IOT	1750	1750	1760	1760	10	1750

### 4.3.1 Absorção total, Índice de Vazios e Massa Específica

Na Tabela 4.16 são apresentados os resultados de absorção total, índice de vazios e massa específica real das pastas de referência, bem como das pastas com as substituições de 5%, 10%, 15% de cimento por rejeito (IOT) em forma de lama, e 10% de IOT na forma seca. Além disso apresenta-se o desvio padrão dos respectivos índices encontrados. É possível perceber que os resultados de absorção total e índice de vazios das pastas com substituição foram semelhantes aos da pasta de referência. Com relação a massa específica, os valores apresentados nas substituições do rejeito nas proporções de 5%, 10% e 15% utilizando o rejeito na forma de lama foram superiores ao valor de referência.

**Tabela 4.16: Resultados de absorção de água, índice de vazios, massa específica das amostras curadas com substituições de 0, 5, 10 e 15% de IOT em lama e 10% com IOT seco.**

<b>% IOT</b>	<b>Absorção total - A (%) - DP (%)</b>	<b>Índice de vazios - Iv (%) - DP (%)</b>	<b>Massa específica Real (kg/m<sup>3</sup>) - DP (%)</b>
0	24,91 ±0,89	35,78 ±0,82	2,32 ±0,29
5	24,17 ±0,51	36,35 ±1,61	2,46 ±0,00
10	23,46 ±0,84	36,96 ±0,95	2,47±0,06
15	23,35 ±0,23	35,84 ±0,17	2,47 ±0,08
10% IOT SECO	26,56 ±0,27	34,37 ±0,27	2,25 ±0,36

## 5. CONCLUSÕES

O rejeito de minério de ferro (IOT) estudado apresentou uma granulometria fina, com  $D_{50}$  variando de 11,65 a 12,84  $\mu\text{m}$ , das amostras em forma de lama e seca, respectivamente. Assim, foi possível concluir que o IOT apresentou distribuição granulométrica similar à do cimento. A análise de DRX indicou a presença de quartzo, hematita, caulinita, goethita, clorita, biotita e talco, no entanto, os principais minerais encontrados foram a hematita (50,6%) e o quartzo (31,5%), segundo o método de Rietveld. O DRX também mostrou que o teor de amorfos encontrado foi zero, indicando a não reatividade e seu potencial como *filler*.

A composição química do IOT foi obtida pelo método de preparação fundido e prensado, desta maneira, em ambos os métodos, os principais elementos encontrados foram o ferro, silício e alumínio. Vale dizer que o método fundido foi semelhante ao resultado encontrado na análise de DRX quantitativo. A massa específica obtida do IOT encontra-se na faixa entre a hematita e o quartzo. As análises no MEV mostram que as partículas do IOT analisados possuem uma grande distribuição no tamanho de partículas com aspecto morfológico angulares, rugosas, irregulares de forma dispersa. Foi verificado nas imagens que as fases claras detectadas apresentaram alta concentração de ferro, e os pontos escuros assinalados apresentaram um alto teor de silício. Com isso, a partir das características físicas e mineralógicas encontrada no rejeito permite inferir sua viabilidade ao emprego como aditivo mineral.

Em relação as pastas, no ensaio de reologia a incorporação de rejeito de minério de ferro (IOT) nas pastas promoveu um acréscimo na tensão de escoamento estática e redução no mini-espalhamento, assim, quanto maior foi a adição do IOT, maior foi a tensão e menor foi o mini-espalhamento. Este aumento ocorreu em função da adição de partículas finas, mais porosas, rugosas e angulares do IOT. A adição do IOT também aumentou a tensão de escoamento dinâmica, e não alterou de maneira expressiva na viscosidade plástica.

A adição de IOT promoveu um aumento na massa específica no estado fluido das pastas de cimento, este aumento ocorreu devido a substituição do cimento pelo IOT, um material de maior massa específica.

No estudo de hidratação por calorimetria isotérmica verificou-se que a adição de IOT aumentou taxa de aceleração e o pico de hidratação do aluminato tanto para relação água material sólidos 0,45 como para 0,65. Essa aceleração da cinética de hidratação se deu devido ao efeito de nucleação provido pelo IOT. No estudo da análise térmica as pastas com adição apresentaram perda de massa semelhantes a pasta de referência indicando que não houve alteração dos tipos de produtos de hidratação formados. Na sua quantificação, a adição de IOT não houve uma tendência de aumento ou redução na quantidade de CH e água combinada total nas diferentes idades avaliadas.

Quanto as propriedades mecânicas, o aumento no teor de IOT na mistura promove uma redução na resistência à compressão na mistura. Essa redução se mostrou menor para as menores idades (3 e 7 dias) devido ao efeito de aceleração promovido pelo IOT. A redução na resistência à compressão ocorreu por conta da redução de material cimentício na mistura. Quando se comparou os módulos de elasticidade, o incremento do rejeito não alterou de maneira significativa o mesmo.

A sedimentação estática ela foi reduzida, ou seja, as pastas se tornaram mais estáveis com a utilização do IOT. Com relação a massa específica no estado endurecido, houve um aumento, assim como observado para o estado fluido. O índice de vazios e a absorção total não foram alterados, em função da granulometria do IOT e do cimento serem similares.

Os resultados adquiridos das pastas com a relação água sólido 0,45 mostrou semelhança aos obtidos quando a relação aumentou à 0,65, no entanto, as diferenças entre eles foi ao que concerne a maior concentração de água, conforme esperado. Em relação a adição do IOT lama e o IOT seco, a propriedade mais influenciada foi a reologia, que teve a tensão de escoamento reduzida e aumento de espalhamento, provavelmente devido a aglomeração dos grãos.

Com relação as diferentes concentrações de substituição do rejeito de minério de ferro pelo cimento nas pastas, os resultados mostraram que a substituição mais adequada foi a substituição de 5% de IOT. Desta forma, a utilização do rejeito de minério de ferro possibilitou avaliar seu desempenho em matrizes cimentícias, assim, com as avaliações apresentadas os resultados mostram que o IOT apresenta potencial do seu emprego como adição do tipo *filler* no cimento.

## **5.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS**

- Utilização do Rejeito de Minério de Ferro (lama - finos) em produtos cimentícios como Argamassas e Concretos;
- Utilizar dos finos (IOT) em concretos auto-adensáveis;
- Estudar o comportamento dos finos na reologia dos concretos;
- Ensaio de durabilidade;
- Realizar Análise de Ciclo de Vida (ACV) do material desenvolvido para quantificação dos impactos ambientais;
- Avaliação dos custos de produção;
- Entender melhor os efeitos do IOT na hidratação.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- DE ANDRADE, P. C., 2017, Tecnologia em preparação de pastas para disposição de rejeitos. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- ANDRADE, L. C. R. D., 2014, Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil. Tese de doutorado., UFMG, Viçosa, MG, Brasil.
- ÂNGULO, S. C., ZORDAN, S. E., e JOHN, V. M., 2001, *Desenvolvimento sustentável e a reciclagem de resíduos na construção civil*. Departamento Engenharia de Construção Civil da Escola Politécnica, São Paulo, SP.
- ALVES, M. E. *et al*, 2008, “Comparação de procedimentos de quantificação de caulinita e gibbsita na fração argila desferrificada de Latossolos”. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, v. 32, n. 2, pp. 569-577.
- ARAÚJO, C. B., 2006, *Contribuição ao Estudo do Comportamento de Barragens de Rejeito de Mineração de Ferro*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- ARISTIMUNHO, P. B., BERTOCINI, S. R., 2012, “Application of iron ore mud in powder form in posartland cement presence”. *Revista IBRACON de Estruturas E Materiais*, 5(2), pp. 153-165.
- ASTM Standard C 150<sup>1</sup>, *Specification for Portland Cement*.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), 2011, *NBR 9939- Agregado – Determinação do teor de umidade total – Método de ensaio*. Rio de Janeiro.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), 1991, *NBR 11578 - Cimento Portland Composto*. Rio de Janeiro.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT), 2009, *NBR 9778:*

Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro.

BAI, R. Y., CAI, J.W., FENG. X.X, 2011, "Study on Reducing ASR Expansion in Concrete Prepared with Iron Ore Tailings Sand", *Advanced Materials Research*, v. 295-297, pp. 594-597.

BAKULAMBA DEVI T.S. *et al.*, 2015, "An Experimental Study on Utilization of Iron Ore Tailings (IOT) and Waste Glass Powder in Concrete", *Civil and Environmental Research*, v.7, n.9. pp. 18-21.

BARDINI, V. S. D. S., 2008, *Estudo de viabilidade técnica da utilização de cinzas da queima da casca de Pinus em obras de pavimentação asfáltica*. Dissertação de M.Sc., Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, Brasil.

BARDINI, V. S. S., 2013, *Influência do fíler mineral em propriedades de misturas asfálticas densas*. Tese de D.Sc., Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, Brasil.

BOSCOV, M. E. G., 2008, *Geotecnia ambiental*. 1 Ed. São Paulo – Brasil, Oficina de Textos.

BRASIL, 2012, Plano Nacional de Resíduos Sólidos. *Federal, Governo*. Disponível em: <[http://www.mma.gov.br/port/conama/reuniao/dir1529/PNRS\\_consultaspublicas.pdf](http://www.mma.gov.br/port/conama/reuniao/dir1529/PNRS_consultaspublicas.pdf)> Acesso em: 04 mai. 2016.

BRASIL, 2012. *Nota Técnica Plano Indústria Subsetor Cimento*. Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior (MDIC).

BRASIL, 2015, *Entenda o acidente de Mariana e suas consequências para o meio ambiente*. Disponível em: <<http://www.brasil.gov.br/meio-ambiente/2015/12/entenda-o-acidente-de-mariana-e-suas-consequencias-para-o-meio-ambiente>>. Acesso em: 02 jun.2016

CASTRO, E. B. , 2002, *Influência de finos na flotação do minério de ferro: efeitos da granulometria e da mineralogia*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

- CARVALHO, P. S. L. D., SILVA, M. M. D., ROCIO, M. A. R., E MOSZKOWICZ, J., 2014, *Minério de ferro*. BNDES Setorial, Rio de Janeiro, (39), 197-233. NI, 2012, *Relatório da Indústria brasileira do cimento: base para a construção do desenvolvimento*. Encontro da indústria para a sustentabilidade. Confederação Nacional da Indústria. Brasília, DF.
- CHAVES, A. P., 2002, *Tratamento de minérios*. 3.ed. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, pp.411- 455.
- CORDEIRO, G. C., 2006, *Utilização das cinzas ultrafinas do bagaço de cana de açúcar e da casca de arroz como aditivos minerais em concretos*. Tese de D.Sc., COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- COSTA, A. V., GUMIERI, A. G., BRANDÃO, P. R. G. , 2014, “Piso intertravado produzido com rejeito de sinter feed”. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, 7(2), pp. 244-259.
- DA CUNHA, A. L. C., LEMOS, M. S., METH, S., GONÇALVES, J. P., E DWECK, J., 2011, A study of the particle size effect on the pozzolanic activity of an equilibrium catalyst. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 106 (3), pp. 805-809.
- DA SILVA, G R., 2014, *Caracterização, estudos fundamentais e flotação de minério de ferro goethítico*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil
- DAS, S. K., KUMAR, S., e RAMACHANDRARAO, P. , 2000, “Exploitation of iron ore tailing for the development of ceramic tiles”. *Waste Management*, 20(8), pp. 725-729.
- DAMINELI, B. L., 2013, *Conceitos para formulação de concretos com baixo consumo de ligantes: controle reológico, empacotamento e dispersão de partículas*. Tese de D.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil.
- DALLA VECCHIA, F., 2009, *Avaliação da degradação por CO2 supercrítico da pasta de cimento empregada em poços de petróleo*. Dissertação de M.Sc., Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.
- DAVE, K., LAWRENCE, S., PENNOCK, D. M. 2003, *Mining the peanut gallery: Opinion extraction and semantic classification of product reviews*. In: *Proceedings*

of the 12th international conference on World Wide Web 519-528, ACM.

DEMANBORO, A., FERRÃO, A., MARIOTONI, C., 2004, *Desafios da construção sustentável sob o enfoque do estoque de recursos naturais*. In Proceedings of the I Conferência Latino-Americana de Construção Sustentável and X Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído, São Paulo, Brasil.

DE OLIVEIRA, P. S., 2006, *Rotas para recuperação de ferro fino contido no underflow do espessador de lama da Usina de Conceição*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

DE SÁ, P. B., 2007, *Percepção da população acerca dos impactos socioambientais do acidente da mineração Pomba-Cataguases no Município de Laje do Muriaé, RJ*. Monografia, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

DNPM - Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral, 2012. Brasília: DNPM, 2012. 136p. Disponível em: <[https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra\\_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=7366](https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=7366)> Acesso em: 10 mai. 2016.

DNPM, Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral 2015. Brasília: DNPM, 2016

DWECK, J., MELCHERT, M. B. M., CARTLEDGE, F. K., LEONARDO, R. S., TOLEDO FILHO, R. D., 2016, “A comparative study of hydration kinetics of different cements by thermogravimetry on calcined mass basis”. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1-8.

DWECK, J.; CUNHA, A.L.C., PINTO, C.A., GONÇALVES, J.P., BÜCHLER, P.M. “Thermogravimetry on calcined mass basis – hydrated cement phases and pozzolanic activity quantitative analysis”, *J. Term. Anal. Calorim. (On-line)* DOI:10.1007/s10973-008-9761-0; 2009.

DUARTE, A. P., 2008, *Classificação das barragens de contenção de rejeitos de mineração e de resíduos industriais no estado de Minas Gerais em relação ao potencial de risco*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

- DUTHIE, A. C., LINS, F. A. A, 2017, “Economia Circular e sua relação com a Mineração”. Brasil Mineral/CETEM.
- EDRAKI, M., BAUMGARTL, T., MANLAPIG, E., BRADSHAW, D., FRANKS, D. M., e MORAN, C. J., 2014, “Designing mine tailings for better environmental, social and economic outcomes: a review of alternative approaches”, *Journal of Cleaner Production*, 84, 411-420.
- ESPÓSITO, T. J., 2000, *Metodologia probabilística e observacional aplicada a barragens de rejeito construídas por aterro hidráulico*. Tese de D.Sc., UNB, Brasília, DF, Brasil.
- FAIRBAIRN, E.M.R., AMERICANO, B.B., CORDEIRO, G.C., PAULA, T.P., TOLEDO FILHO, R.D., SILVOSO, M.M., 2010, “Cement replacement by sugar cane bagasse ash: CO2 emissions reduction and potential for carbon credits”, *Journal of Environmental Management*, v.91, pp. 1864-1871.
- FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE DE MINAS GERAIS - FEAM, 2016, *Inventário de barragens do estado de Minas Gerais*. Disponível em: <[http://www.feam.br/images/stories/2017/RESIDUO\\_MINERA%C3%87%C3%83O/Invent%C3%A1rio\\_de\\_Barragens\\_2016.pdf](http://www.feam.br/images/stories/2017/RESIDUO_MINERA%C3%87%C3%83O/Invent%C3%A1rio_de_Barragens_2016.pdf)> Acesso 05 de out. 2017.
- FERREIRA, K.C. *et al.*, 2016, “Estudos do aproveitamento de rejeitos de um minério de ferro itabirítico da região de morro do Pilar”. *Holos*, v. 2., n. 32, pp.77-83.
- FLORES, Y.C, 2017, *Incorporação de aditivos minerais comerciais e produzidos por moagem otimizada nas diferentes escalas de tamanho e natureza em pastas visando aplicação na cimentação de poços de petróleo*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil
- FONTES, W. C., 2013, *Utilização do rejeito de barragem de minério de ferro como agregado reciclado para argamassas de revestimento e assentamento*. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.
- FRANCA, P., 2009, *Projetos de Disposição de Rejeitos na VALE: diversidade de soluções, riscos e desafios*. Disponível em: <<http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00000551.pdf>>. Acesso em: 05 jun. 2016.

- FREITAS, J. C. D. O., 2008, *Adição de poliuretana em pastas de cimento para poços de petróleo como agente de correção do filtrado*. Dissertação de M.Sc., UFRN, Natal, RN, Brasil.
- GIRI, S. K., DAS, N. N., PRADHAN, G. C., 2011, “Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles using waste iron ore tailings for adsorptive removal of dyes from aqueous solution”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 389(1-3), pp. 43–49.
- GIRODO, A., 2005, *Mineração*. In: Projeto APA Sul, Estudos do Meio Físico, Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral/ CPRM, Belo Horizonte, MG.
- GHOSE, M. K., e SEN, P. K., 2001, “Characteristics of iron ore tailing slime in India and its test for required pond size”, *Environmental Monitoring and Assessment*, 68(1), 51–61.
- GOMES, M. A., 2009, *Caracterização tecnológica no aproveitamento do rejeito de minério de ferro*. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.
- GOMES, R. B.; TOMI, G. D.; ASSIS, P. S., 2015, “Impact of quality of iron ore lumps on sustainability of mining operations in the Quadrilátero Ferrífero Area”, *Minerals Engineering*, v. 70, pp. 201-206.
- GONELLA, J. D. S. L., REINAS, A. M., PARRA, J. A., e MORALES, A. G., 2015, “Mapeamento dos impactos ambientais do setor de mineração no estado de Minas Gerais”, *Periódico Eletrônico Fórum Ambiental da Alta Paulista*, n. 11(7).
- GONÇALVES, J. P., TOLEDO FILHO, R. D., e FAIRBAIRN, E. D. M. R., 2006, “Estudo da hidratação de pastas de cimento Portland contendo resíduo cerâmico por meio de análise térmica”, *Ambiente Construído*, 6(4), pp. 83-94.
- GUIMARÃES, N.C., 2011, *Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas*. Dissertação de M.Sc., UFOP, Minas Gerais, Brasil.
- GUIMARÃES, N. C., VALADÃO, G. E., PERES, A. E., 2012, “Filtragem de rejeitos de minério de ferro visando a sua disposição em pilhas”, *Revista Escola de Minas*, n. 65(4), pp. 543-548.

- HERNANDEZ, C. A. O., DE ARAUJO, A. C., VALADÃO, G. E. S., e AMARANTE, S. C., 2005, “Pasting characteristics of hematite/quartz systems”. *Minerals Engineering*, 18(9), pp. 935–939.
- HOOTON, R. D., & BICKLEY, J. A., 2014, “Design for durability: the key to improving concrete sustainability”, *Construction and Building Materials*, 67, pp. 422-430.
- HUANG, X., RANADE, R., NI, W., e LI, V. C., 2013, “Development of green engineered cementitious composites using iron ore tailings as aggregates”, *Construction and Building Materials*, 44, pp. 757–764.
- IBRAM – Instituto Brasileiro de Mineração, *Informações sobre a Economia Mineral Brasileira*, 4ª edição, 2012. Disponível em: <<http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00000284.pdf>> Acesso em: 02 abr. 2016.
- IBRAM – Instituto Brasileiro de Mineração, *Produção Mineral Brasileira (PMB): Série Histórica*. 2017. Disponível em: <<http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00006386.pdf>>. Acesso em: 09 mai. 2017
- IBRAM – Instituto Brasileiro de Mineração, *Informações sobre a Economia Mineral Brasileira*, 2015. Disponível em: <<http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00005836.pdf>>. Acesso em: 10 abr. 2016.
- ICDD, 2015. International Centre for Diffraction Data – PDF-04 Relational Powder Diffraction File, Newton Square, PA.
- JOLICOEUR, C., SIMARD, M. A., 1998, “Chemical admixture-cement interactions: phenomenology and physico-chemical concepts”. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3), pp. 87-101.
- JONES, H., e BOGER, D. V., 2012, “Sustainability and waste management in the resource industries”, *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 51(30).
- KANTRO, D. L., 1980, “Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste - a miniature slump test”. *Cement and concrete aggregates*, v. 2, n. 2,

pp. 95-108.

- KURANCHIE, F. A., SHUKLA, S. K., HABIBI, D., MOHYEDDIN, A., 2015, “Utilisation of iron ore tailings as aggregates in concrete”, *Cogent Engineering*, 2(1).
- LI, C., SUN, H., YI, Z., e LI, L., 2010, “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*, 174(1-3), pp. 78–83.
- LIMA, F. M. D., 2006, *Avaliação do comportamento reológico de pastas de cimento para poços de petróleo com adição de plastificantes*. Dissertação de M.Sc., UFRN, Natal, RN, Brasil.
- LIU, Y., DU, F., YUAN, L., ZENG, H., e KONG, S., 2010, “Production of lightweight ceramisite from iron ore tailings and its performance investigation in a biological aerated filter (BAF) reactor”, *Journal of Hazardous Materials*, 178(1), pp. 999-1006.
- LUZ, M. P., 2008, *Aproveitamento do filer de pedreiras da metropolitana de goiânia em pavimentos flexíveis urbanos – avaliação técnica e sócio- ambiental*. Tese de D.Sc., UFG, Goiânia, GO, Brasil.
- LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A., 2010, Tratamento de minérios. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT.
- MACHADO, J. C. V. , 2002, *Reologia e escoamento de fluidos: ênfase na indústria de petróleo*. Petrobras, Rio de Janeiro, Interciência.
- MACHADO, W. G. D. F., 2007, *Monitoramento de barragens de contenção de rejeitos da mineração*. Dissertação de M.Sc., USP, São Paulo, SP, Brasil.
- MACHADO, M. E. S., 2008, *Análise Térmica Diferencial e Termogravimétrica*. p.21.
- MARTINS, A. L. S., YOKOYAMA, L., FONSECA, F. V, e ALBUQUERQUE, R. C., 2014, “Estudo do resíduo gerado no deslamagem do minério de ferro”, In: *XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química*, pp. 1-8, Florianópolis, S, Out.

- MARTINS, J., BORGES, A. A., 2002, “O aproveitamento de lamas de minério de ferro por flotação colunar”. In: XIX ENTMMME, pp. 211–215, Recife, PE
- MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M, 1994, *Concreto: Estrutura, Propriedade e Materiais*. 1 ed. São Paulo, Copyright Editora.
- MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M, 2006, *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. 3 ed. California, Copyright by the McGraw-Hill Companies.
- MEIGRE, M., 2016, “O acontecimento Mariana e as convocatórias de sentido na mídia: o passado mineiro de casos com barragens”, *Temática*, ano XII, n.03 (Mar), pp. 46-61.
- MPF - Ministério Público Federal, Procuradoria da República no Estado de Minas Gerais, Força Tarefa Rio Doce, Recomendação N° 014/2016-MPF-GAB/FT. Disponível em: <<http://www.mpf.mp.br/mg/sala-de-imprensa/docs/recomendacao-dnmp>> Acesso em: 08 jun. 2016.
- MIRON, M., BOYD, B. W. *Iron Ore*, 2006. Disponível em: <<http://www.thecanadianencyclopedia.com/articles/iron-ore>>. Acesso em: 16 out. 2017.
- MUNDIAL, B., 2009. Relatório Técnico 18 – *Perfil da Mineração de Ferro*, MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA-MME. Disponível em: <[http://www.jmendo.com.br/wp-content/uploads/2011/08/P09\\_RT18\\_Perfil\\_da\\_Minerao\\_de\\_Ferro.pdf](http://www.jmendo.com.br/wp-content/uploads/2011/08/P09_RT18_Perfil_da_Minerao_de_Ferro.pdf)>. Acesso em: 04 mar. 2017.
- NEVILLE, A.M., 2016, A. M., 2015, *Propriedades do Concreto*. 5 ed. São Paulo, Bookman Editora.
- NEVILLE, A.M., 1997, *Propriedades do Concreto*. 2 ed . São Paulo, Trad. Savador E. Giamusso, Ed. Pini.
- NOCITI, D. M., 2011, *Aproveitamento de rejeitos oriundos da extração de minério de ferro na fabricação de cerâmicas vermelhas*. Dissertação de M.Sc., UNESP, Guaratinguetá, SP, Brasil.
- NUNES, M. A. D. J., COSTA, S. G., DA SILVA, R. G., 2012, *O quadrilátero ferrífero*

*e o norte de minas gerais: análise da história e importância econômica.*  
Disponível

em:[http://unimontes.br/arquivos/2012/geografia\\_ixerg/eixo\\_politica\\_meio\\_ambiente/o\\_quadrilatero\\_ferifero\\_e\\_o\\_norte\\_de\\_minas\\_gerais\\_analise\\_da\\_historia\\_e\\_importancia\\_econmica.pdf](http://unimontes.br/arquivos/2012/geografia_ixerg/eixo_politica_meio_ambiente/o_quadrilatero_ferifero_e_o_norte_de_minas_gerais_analise_da_historia_e_importancia_econmica.pdf). Acesso em: 13 jun. 2016.

PAL, A., SAMANTA, A.N., RAY, S., 2010, “Treatment of iron ore slime for value addition”, *Hydrometallurgy*, v.105, pp. 30-35.

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

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.

POGGIALI, F. S. J., 2010, *Desempenho de microconcretos fabricados com cimento Portland com adições de cinza de bagaço de cana-de-açúcar*. Dissertação de M.Sc. UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

PONTES, B. M. S., DA SILVA, S. M. B., BARROS, M. L. S. C., OLIVEIRA, F. M. C., e ROCHA, M. E. M. C., 2015, “Perspectivas de desenvolvimento regional com a exploração das reservas de ferro no município de Caetité”, *Bahia.Ciência e Natura*, 37(4).

PORTES, A.M.C, 2013, *Avaliação da disposição de rejeitos de minério de ferro nas consistências polpa e torta*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

PORTELLA, M.O, 2015, “Efeitos colaterais da mineração no meio ambiente”, *Revista Brasileira de Políticas Públicas*, v.5, n.3.

PRAKASH, S., DAS, B., MOHANTY, J. K., VENUGOPAL, R., 1999, “The recovery of fine iron minerals from quartz and corundum mixtures using selective magnetic coating”. *International Journal of Mineral Processing*, 57(2), pp. 87-103.

REIS, E. L., 2005, *Caracterização de resíduos provenientes da planta de beneficiamento do minério de manganês sílico-carbonatado da RDM–unidade*

- Morro da Mina*. Dissertação de M.Sc, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.
- RICO, M., BENITO, G., SALGUEIRO, A. R., DÍEZ-HERRERO, A., PEREIRA, H. G., 2008, “Reported tailings dam failures: a review of the European incidents in the worldwide context”, *Journal of Hazardous Materials*, 152(2), pp. 846-852.
- ROCHA, L., 2008, *Estudo de aproveitamento econômico das lamas de uma mineração de ferro, através de concentração por flotação catiônica reversa*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- ROCHA, C. A. A., 2015, *Influência da pressão e temperatura de cura e da adição de NaCl e KCl no comportamento de pastas para a cimentação de poços de petróleo*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- ROY, S., DAS, A., 2013, “Recovery of Valuables from Low-Grade Iron Ore Slime and Reduction of Waste Volume by Physical Processing”, *Particulate Science and Technology*, v.31, pp. 256-263.
- RUYTERS, S., MERTENS, J., VASSILIEVA, E., DEHANDSCHUTTER, B., POFFIJN, A., & SMOLDERS, E., 2011, “The red mud accident in Ajka (Hungary): plant toxicity and trace metal bioavailability in red mud contaminated soil”. *Environmental science & technology*, 45(4), pp. 1616-1622.
- SAKTHIVEL, R., VASUMATHI, N., SAHU, D., & MISHRA, B. K., 2010, “Synthesis of magnetite powder from iron ore tailings”, *Powder Technology*, 201(2), pp. 187-190.
- SANTANA, P. P., 2012, *Flotação direta de minério de ferro itabirítico*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- SANTOS, C. R. DOS, FILHO, J. R. DO A., TUBINO, R. M. C., e SCHNEIDER, I. A. H., 2012, “Use of Coal Waste as Fine Aggregates in Concrete Paving Blocks”, *Geomaterials*, 03(02), pp. 54–59.
- SAKTHIVEL, R., VASUMATHI, N., SAHU, D., MISHRA, B. K., 2010, “Synthesis of magnetite powder from iron ore tailings”, *Powder Technology*, 201(2), 187-190.
- SCHRAMM, G, 2006, *Reologia e Reometria: fundamentos teóricos e práticos*, Tradução e adaptação: MOTHÉ, C. G., CORREIA, D. Z., PETRI, H. M.,

- GONÇALVES, M., CARESTIANO, T., 2 ed., Artliber Editora, São Paulo.
- SHETTY, K. K., NAYAK, G., e VIJAYAN, V., 2014, “Effect of red mud and Iron Ore Tailings on the strength of Selfcompacting Concrete”, *European Scientific Journal*, 10(21).
- SILVA, J. P., 2007, “Impactos ambientais causados por mineração”, *Revista Espaço Da Sofhia*, v.8, 1 – 13.
- SILVA, P. M. A., VIANA, P. J., e CAVALCANTE, L. B. A., 2011, *Resíduos Sólidos da Atividade de Mineração*.
- SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO - SNIC, 2016. *Produção Mensal*. Publicação do site do Sindicato Nacional da Industria do Cimento. Disponível em: <<http://www.snic.org.br>>. Acesso em: 12 mai. 2016.
- SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO – SNIC, 2017, *Produção Regional de 2016*. Disponível em: [http://www.snic.org.br/numeros\\_dinamico.asp](http://www.snic.org.br/numeros_dinamico.asp) Acesso em 10 de outubro de 2017.
- SOARES, J. B., 1998, *Potencial de conservação de energia e de mitigação das emissões de gases de efeito estufa para a indústria brasileira de cimento Portland até 2015*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- SOARES, S. M. M. N., 2010, *Influência das condições de queima nas características físico-químicas das cinzas do bagaço de cana-de-acúcar*. Dissertação de M.Sc., UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- SOUZA, A. F. D., 2007, *Otimização do uso de aditivo estabilizador de hidratação do cimento em água de lavagem dos caminhões-betoneira para produção de concreto*. Tese de M.Sc., UFSC, Florianópolis, SC, Brasil.
- STACHERA JR, T., 2008, “Avaliação de emissões de CO2 na construção civil: um estudo de caso da habitação de interesse social no Paraná”. In: *IX ENGEMA— Encontro Nacional sobre Gestão e Meio Ambiente*, pp.2-13, Rio de Janeiro, Out.
- TOLEDO FILHO, R. D., GHAVAMI, K., ENGLAND, G. L., & SCRIVENER, K., 2003, “Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability”, *Cement and concrete composites*, 25(2), pp.185-196.

- UGAMA, T. I., EJEH, S. P., AMARTEY, D. Y., 2014, “Effect of iron ore tailing on the properties of concrete”, *Civil and Environmental Research*, 6, 7-13.
- U.S. GEOLOGICAL SURVEY - USGS, 2016, Mineral Commodity Summaries.
- U.S.GEOLOGICAL SURVEY -USGS, 2017. Disponível em: <<http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/>>. Acesso em: 10 jul. 2017.
- WANG, C., HARBOTTLE, D., LIU, Q., e XU, Z., 2014, “Current state of fine mineral tailings treatment: A critical review on theory and practice”, *Minerals Engineering*, 58, pp. 113-131.
- WOLFF, A. P., 2009, *Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale*. Dissertação de M.Sc., UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.
- WOLFF, A. P., DA COSTA, G. M., & DE CASTRO DUTRA, F., 2011, “A comparative study of ultra-fine iron ore tailings from Brazil”. *Mineral Processing & Extractive Metallurgy Review*, v.32(1), pp. 47-59.
- WORLD STEEL ASSOCIATION, 2016, Steel Statistical Yearbook 2016. World Steel Association, Bruxelas, Bélgica.
- WISE URANIUM PROJECT, 2017. *Chronology of Major Tailings Dam Failures*. Disponível em: <<http://www.wise-uranium.org/mdaf.html>> Acesso em: 07 out. 2017.
- YANG, C., CUI, C., QIN, J., e CUI, X., 2014, “Characteristics of the fired bricks with low-silicon iron tailings”, *Construction and Building Materials*, 70, pp. 36–42.
- YANG, C., CUI, C., e QIN, J., 2015, “Recycling of low-silicon iron tailings in the production of lightweight aggregates”, *Ceramics International*, 41(1), pp. 1213–1221.
- YELLISHETTY, M., KARPE, V., REDDY, E. H., SUBHASH, K. N., e RANJITH, P. G., 2008, “Reuse of iron ore mineral wastes in civil engineering constructions: A case study”, *Resources, Conservation and Recycling*, 52(11), 1283–1289.
- ZERBINO, R., GIACCIO, G., e ISAIA, G. C., 2011, “Concrete incorporating rice-husk ash without processing”, *Construction and Building Materials*, 25(1), 371–378.

ZHAO, S., FAN, J., e SUN, W., 2014, “Utilization of iron ore tailings as fine aggregate in ultra-high performance concrete”, *Construction and Building Materials*, 50, 540–548.

ZHANG, S. H., XUE, X. X., & JIN, Z. F., 2004, “Current situation and comprehensive utilization of iron ore tailings resources in our country”. *Journal of Materials and Metallurgy*, 4, 001.

ZHANG, S., XUE, X., LIU, X., DUAN, P., YANG, H., JIANG, T., LIU, R., 2006, “Current situation and comprehensive utilization of iron ore tailing resources”, *Journal of Mining Science*, 42(4), 403-408.