

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CONSTRUÇÃO CIVIL

Bruna Silva Almada

**INFLUÊNCIA DA HETEROGENEIDADE DE REJEITOS DE MINÉRIO DE FERRO
UTILIZADOS COMO ADIÇÃO MINERAL NAS PROPRIEDADES DE
MICROCONCRETOS**

Belo Horizonte
Fevereiro, 2021

Bruna Silva Almada

**INFLUÊNCIA DA HETEROGENEIDADE DE REJEITOS DE MINÉRIO DE FERRO
UTILIZADOS COMO ADIÇÃO MINERAL NAS PROPRIEDADES DE
MICROCONCRETOS**

Dissertação apresentada a Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Construção Civil. Área de concentração: Tecnologia na Construção Civil. Linha de pesquisa: Materiais de Construção Civil.

Orientador: Prof. Dr. White José dos Santos

Co-orientadora: Profa. Dra. Dayana Cristina
Silva Garcia

Co-orientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge
Brigolini Silva

Belo Horizonte

2021

A444i Almada, Bruna Silva.
Influência da heterogeneidade de rejeitos de minério de ferro utilizados como adição mineral nas propriedades de microconcretos [recurso eletrônico] / Bruna Silva Almada. – 2021.
1 recurso online (xvi, 119 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: White José dos Santos.
Coorientadores: Dayana Cristina Silva Garcia, Guilherme Jorge Brigolini Silva.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 107-119.
Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Construção civil - Teses. 2. Microestrutura - Teses. 3. Minérios de ferro - Teses. 4. Reaproveitamento (sobras, refugos, etc) - Teses. 5. Resíduos de mineração - Teses. I. Santos, White José dos. II. Garcia, Dayana Cristina Silva. III. Silva, Guilherme Jorge Brigolini. IV. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. V. Título.

CDU: 691(043)

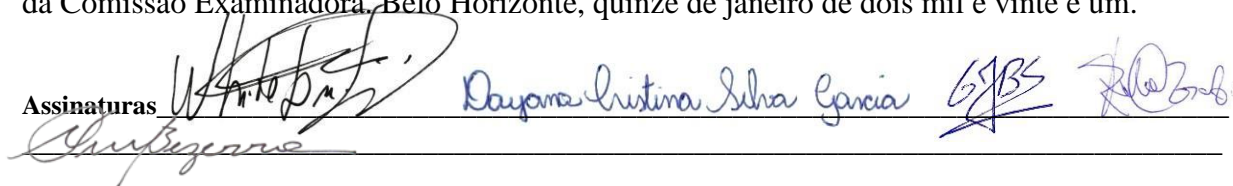
ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CONSTRUÇÃO CIVIL DA ALUNA BRUNA SILVA ALMADA.

Às quatorze horas do dia dezanove de fevereiro de dois mil e vinte e um, reuniu-se, por meio de sistema de interação de áudio e vídeo em tempo real (plataforma Google Meet) a Comissão Examinadora de Dissertação de Mestrado, aprovada ad referendum pelo Coordenador do Colegiado do Curso de Mestrado em Construção Civil - EE.UFMG, Prof. Dr. Eduardo Chahud, para julgar, em exame final, o trabalho intitulado **“Influência da heterogeneidade de rejeitos de minério de ferro utilizados como adição mineral nas propriedades de microconcretos”**, requisito final para a obtenção do Grau de MESTRE EM CONSTRUÇÃO CIVIL na área de: TECNOLOGIA NA CONSTRUÇÃO CIVIL. Abrindo a sessão, o Presidente da Comissão, Prof. Dr. **White José dos Santos**, após dar a conhecer aos presentes o teor das Normas Regulamentares do Trabalho Final, passou a palavra à candidata para apresentação do seu trabalho. Seguiu-se a arguição pelos examinadores, com a respectiva defesa da candidata. Logo após, sem a participação da candidata na transmissão, houve o julgamento e expedição do resultado pela Comissão. Foram atribuídas as seguintes indicações:

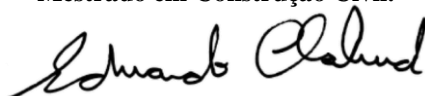
| | |
|--|------------------------------|
| PROF. WHITE JOSÉ DOS SANTO | (X) APROVADA () REPROVADA |
| PROFA. DAYANA CRISTINA SILVA GARCIA | (X) APROVADA () REPROVADA |
| PROF. GUILHERME JORGE BRIGOLINI SILVA | (X) APROVADA () REPROVADA |
| PROF. FERNANDO DO COUTO ROSA ALMEIDA | (X) APROVADA () REPROVADA |
| PROF. AUGUSTO CESAR DA SILVA BEZERRA | (X) APROVADA () REPROVADA |

Pelas indicações dos membros acima, a candidata foi considerada Aprovada. Caso tenham sido sugeridas correções no trabalho, conforme pareceres anexos, a candidata terá o prazo máximo de 60 (sessenta) dias para efetuá-las e entregar a versão final da dissertação à Secretaria do Curso de Mestrado em Construção Civil. O resultado foi comunicado a candidata pela Presidente da Comissão. Nada mais havendo a tratar, a Presidente encerrou a transmissão e lavrou a presente ATA, que será assinada eletronicamente por todos os membros participantes da Comissão Examinadora. Belo Horizonte, quinze de janeiro de dois mil e vinte e um.

Assinaturas



Obs.: Este documento não terá validade sem a assinatura e carimbo da Coordenação do Curso de Mestrado em Construção Civil.



Prof. Dr. Eduardo Chahud
Coordenador do Curso de Mestrado em Construção Civil
ESCOLA DE ENGENHARIA/UFMG

Dedico este trabalho aos meus pais, pela paciência e apoio em todos os momentos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família, por acompanhar incondicionalmente meu caminho, vibrar nas minhas conquistas e me amparar nas frustrações. Aos meus pais, Rosangela e Márcio, por valorizarem a educação em todos os níveis e me permitirem estudar nas melhores condições.

Ao meu orientador, professor e amigo, professor Dr. White José dos Santos, que me acompanha desde o início da graduação, agradeço pelos conhecimentos transmitidos, por me inspirar e incentivar a buscar sempre mais. Com certeza é um dos maiores responsáveis por eu ter chegado até aqui. Agradeço pela liberdade permitida nos projetos, sempre com paciência e confiança no meu trabalho, pelas oportunidades de aprendizado e crescimento, pelas valiosas orientações e pelo carinho e amizade.

Aos meus co-orientadores, Dr. Guilherme Jorge Brigolini Silva e Dra. Dayana Cristina Silva Garcia, agradeço por me darem suporte nos experimentos e análises e por me atenderem em todos os momentos de dificuldade. Agradeço por sanarem minhas dúvidas e por me direcionarem ao longo desta e de outras pesquisas.

Agradeço a todos os professores do Mestrado da UFMG pelos ensinamentos e, em especial, à professora Dra. Maria Teresa Paulino Aguilar, por me “tirar da caixa”, me mostrar outras maneiras de pensar e por ensinar de forma tão sensível o que é ciência, pesquisa e educação. Obrigada por fazer parte do meu desenvolvimento profissional e pessoal.

Agradeço ao professor Dr. Eduardo Nunes, pelo apoio e pela extraordinária simpatia e aos meus amigos do curso e de laboratório, Marlo, Priscila, Juliana, Silvia, Bruno, Lucas, Miguel, Raquel e Diana, pelo companheirismo e por me ajudarem de todas as formas possíveis.

Aos meus amigos da iniciação científica e do grupo de pesquisa, Henrique, Dyala e Abner, por serem mais braços e mais cérebro no projeto e aos técnicos dos laboratórios, Ricardo, Dedé e Alberto, pelo auxílio durante a execução dos experimentos.

À todos que contribuíram de forma direta ou indireta na realização deste trabalho, deixo aqui registrada minha mais profunda gratidão.

RESUMO

A mineração de ferro, apesar de promover um impacto positivo na economia, está associada a uma relevante questão ambiental, devido às extensas áreas alteradas e ao grande volume de resíduos gerados no processo de extração e beneficiamento. Com o crescimento da atividade mineradora, cada vez mais, as barragens têm aumentado de tamanho, o que dificulta seu gerenciamento e pode levar ao seu colapso. Portanto, o aproveitamento do rejeito de minério de ferro (RMF) contribui para redução dos impactos ambientais, além de agregar valor a outro produto. Em razão da sua granulometria e composição química, os RMF's são materiais potenciais para o uso como matéria-prima em produtos destinados à construção civil, por exemplo em materiais cimentícios. Entretanto, a depender do processo de beneficiamento e das características da jazida explorada, os resíduos gerados possuem diferentes propriedades físico-químicas e mineralógicas. Por isso, quando é introduzido em algum material, sua heterogeneidade pode levar a diferentes resultados no desempenho mecânico e de durabilidade do compósito final. À vista disso, este trabalho tem como objetivo avaliar se a heterogeneidade de RMF's influencia as propriedades de microconcretos, quando os rejeitos são aplicados como adição. Para isso, foram coletados quatro rejeitos de minério de ferro de origens distintas, que foram adicionados a microconcretos no teor de 40% em relação a massa de cimento. Os rejeitos foram caracterizados quanto a composição química e características físicas e mineralógicas para a verificação da heterogeneidade. Em seguida, foram moldados corpos de prova de microconcreto para avaliação das propriedades mecânicas, indicadores de durabilidade e propriedades microestruturais. De forma geral, as partículas de RMF atuaram preenchendo os poros, promovendo uma manutenção ou melhoria das propriedades. Os resultados indicaram uma tendência de melhoria de resistência mecânica, aumento de rigidez e redução de porosidade. Com isso, há indicativos de melhoria de durabilidade, como redução da carbonatação. A dureza e módulo de indentação da matriz cimentícia tendem a ser aumentados com a introdução do RMF. Contudo, a influência de cada RMF nos microconcretos foi variável para algumas propriedades, indicando que a heterogeneidade desse resíduo deve ser um fator considerado para diferentes aplicações do material. Esta pesquisa colabora com a ampliação dos conhecimentos a respeito da microestrutura de compósitos contendo adição de RMF. Além disso, reitera a importância da utilização de subprodutos industriais na construção civil como solução para os impactos ambientais associados aos resíduos.

Palavras-chave: Rejeito de Minério de Ferro. Aproveitamento de Resíduos. Microconcreto. Argamassa estrutural. Microestrutura.

ABSTRACT

Iron mining, despite having a positive impact on the economy, is associated with a relevant environmental issue, due to the extensive altered areas and the large volume of waste generated in the extraction and processing process. With the growth of mining activity, increasingly, dams have become bigger, which makes their management difficult and can lead to their collapse. Therefore, the use of iron ore tailings (IOT) contributes to the reduction of environmental impacts, in addition to adding value to another product. Due to their granulometry and chemical composition, IOT's has potential for use as a raw material in products intended for civil construction, for example in cementitious materials. However, different exploited deposit and ore beneficiation process can generate waste with different physical-chemical and mineralogical properties. Therefore, when it is introduced in some material, its heterogeneity can lead to different results in the final composite mechanical and durability performance. In view of this, this work aims to assess whether the heterogeneity of IOT's influences the properties of microconcretes, when the tailings are applied as an addition. Four iron ore tailings from different mines were collected and added to microconcrete in a 40% content, in relation to the cement mass. The tailings were characterized in terms of chemical composition and physical and mineralogical characteristics to verify heterogeneity. Then, microconcrete specimens were molded to evaluate the mechanical and microstructural properties and durability indicators. In general, the IOT particles acted by filling the pores, promoting maintenance or improvement of properties. The results indicated a tendency to improve mechanical strength, increase stiffness and reduce porosity. Thus, there are indications of improved durability, such as reduced carbonation. The hardness and indentation module of the cementitious matrix tend to be increased with the introduction of IOT. However, the influence of each RMF on the microconcrete was variable for some properties, indicating that the heterogeneity of this residue must be a factor considered for different applications of the material. This research collaborates with the expansion of knowledge regarding the microstructure of composites containing addition of IOT. In addition, it reiterates the importance of using industrial by-products in civil construction as a solution to the environmental impacts associated with waste.

Keywords: Iron ore tailings. Use of waste. Microconcrete. Structural mortar. Microstructure.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 3.1 - Participação das principais substâncias metálicas no valor da produção mineral comercializada em 2019. | 5 |
| Figura 3.2 - Localização e limites do Quadrilátero Ferrífero | 6 |
| Figura 3.3 - Fluxograma típico de beneficiamento de minérios..... | 8 |
| Figura 3.4 - Distribuição de rompimentos de barragens no mundo ao longo do tempo. | 11 |
| Figura 4.1 - Fluxograma do Programa Experimental..... | 25 |
| Figura 4.2 - Curva granulométrica do cimento CPI. | 26 |
| Figura 4.3 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito SF..... | 28 |
| Figura 4.4 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito BS. | 29 |
| Figura 4.5 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito BC..... | 30 |
| Figura 4.6 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito AR..... | 31 |
| Figura 4.7 - (a) Montagem do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico e (b) Equipamento Erudite MKII Ressonante Frequency Test System..... | 38 |
| Figura 4.8 - Montagem do sistema para realização do ensaio de resistividade elétrica..... | 42 |
| Figura 4.9 - Esquema de preparação do corpo de prova para ensaio em câmara de carbonatação. | 43 |
| Figura 4.10 - Esquema da localização das regiões do corpo de prova de onde o pó foi extraído. | 45 |
| Figura 4.11 - Localização da amostra extraída da região interna do corpo de prova para análise das propriedades microestruturais. | 46 |
| Figura 4.12 - Curva P _{xh} típica do ensaio de nanoindentação. | 47 |
| Figura 4.13 - Configuração típica da definição de fases presentes na pasta de cimento a partir da escala de cinza de uma imagem de MEV. | 48 |
| Figura 4.14 - Esquema de segmentação da ZTI. | 49 |
| Figura 5.1 - Padrões DRX das amostras de rejeito de minério de ferro..... | 51 |
| Figura 5.2 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra SF. | 53 |
| Figura 5.3 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra BS..... | 54 |
| Figura 5.4 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra BC. | 54 |

| | |
|--|----|
| Figura 5.5 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra AR..... | 55 |
| Figura 5.6 - Distribuição granulométrica acumulada e discreta das partículas de rejeito. | 56 |
| Figura 5.7 - MEV das partículas da amostra (a e b) SF; (c e d) BS; (e e f) BC; (g e h) AR. ... | 58 |
| Figura 5.8 - Isoterma de sorção da amostra (a) SF; (b) BS, (c) BC; (d) AR. | 60 |
| Figura 5.9 - Distribuição de poros das amostras (a) SF; (b) BS, (c) BC; (d) AR..... | 61 |
| Figura 5.10 - Superfície das partículas de rejeito de minério de ferro (MEV 5000x) (a) SF, (b) BS, (c) BC, (d) AR. | 62 |
| Figura 5.11 - Índice de consistência dos microconcretos..... | 63 |
| Figura 5.12 - Fotos do espalhamento na <i>Flow Table</i> do microconcreto (a) de referência, (b) SF40, (c) BS40, (d) BC40 e (e) AR40..... | 64 |
| Figura 5.13 - Resistência à compressão aos 28 dias dos microconcretos..... | 66 |
| Figura 5.14 - Curva de empacotamento de partículas dos microconcretos com e sem adição..... | 68 |
| Figura 5.15 - Mapeamento EDS amostra SF40..... | 69 |
| Figura 5.16 - Mapeamento EDS amostra BS40. | 70 |
| Figura 5.17 - Mapeamento EDS amostra BC40..... | 70 |
| Figura 5.18 - Mapeamento EDS amostra AR40..... | 70 |
| Figura 5.19 - Absorção de água por imersão (A_i), porosidade aberta (P_a), porosidade total (P_t) e coeficiente de capilaridade (C_c) dos microconcretos. | 71 |
| Figura 5.20 - Seção transversal dos corpos de prova (imagem de lupa digital), destacando-se os poros pelo software ImageJ (a e b) REF, (c e d) SF40, (e e f) BS40, (g e h) BC40, (i e j) AR40. | 74 |
| Figura 5.21 - Distribuição de diâmetro de poros da seção transversal dos corpos de prova (imagem de lupa digital)..... | 75 |
| Figura 5.22 - Seção transversal dos microconcretos: imagem de MEV (esquerda), imagem tratada destacando-se os poros e fissuras (centro), imagem tratada sem fissuras (direita) (a) REF, (b) SF40, (c) BS40, (d) BC40, (e) AR40. | 76 |
| Figura 5.23 - Distribuição de diâmetro de poros e porosidade total da seção dos microconcretos (imagem MEV)..... | 77 |
| Figura 5.24 - Absorção de água por capilaridade dos microconcretos..... | 78 |
| Figura 5.25 - Borda da seção transversal dos corpos de prova submetidos ao ensaio de absorção de água (imagem de lupa digital) (a) REF; (b) SF40; (c) BS40; (d) BC40; (e) AR40..... | 78 |
| Figura 5.26 - Módulo de elasticidade dinâmico e massa específica seca dos microconcretos..... | 80 |
| Figura 5.27 - (a) Tendência de comportamento e (b) correlação entre a resistência à compressão e o módulo de elasticidade das amostras. | 80 |

| | |
|--|-----|
| Figura 5.28 - Resistividade elétrica dos microconcretos. | 82 |
| Figura 5.29 - Profundidade de carbonatação dos microconcretos. | 84 |
| Figura 5.30 - Fotos dos corpos de prova carbonatados após aspersão da solução de fenolftaleína. | 85 |
| Figura 5.31 - Desenvolvimento do pH da solução dos poros dos microconcretos antes e após carbonatação - RIC: região interna central; RII: região interna intermediária; RE: região externa. | 87 |
| Figura 5.32 - Separação de fases da amostra REF (a) imagem original (b) identificação das fases. | 89 |
| Figura 5.33 - Separação de fases da amostra SF40 (a) imagem original (b) identificação das fases. | 89 |
| Figura 5.34 - Separação de fases da amostra BS40 (a) imagem original (b) identificação das fases. | 90 |
| Figura 5.35 - Separação de fases da amostra BC40 (a) imagem original (b) identificação das fases. | 90 |
| Figura 5.36 - Separação de fases da amostra AR40 (a) imagem original (b) identificação das fases. | 90 |
| Figura 5.37 - EDS em linha da amostra REF. | 93 |
| Figura 5.38 - EDS em linha da amostra SF40. | 93 |
| Figura 5.39 - EDS em linha da amostra BS40. | 94 |
| Figura 5.40 - EDS em linha da amostra BC40. | 94 |
| Figura 5.41 - EDS em linha da amostra AR40. | 95 |
| Figura 5.42 - Esquema de segmentação da amostra REF para análise da porosidade e CH. ... | 95 |
| Figura 5.43 - Esquema de segmentação da amostra SF40 para análise da porosidade e CH. ... | 96 |
| Figura 5.44 - Esquema de segmentação da amostra BS40 para análise da porosidade e CH. . | 96 |
| Figura 5.45 - Esquema de segmentação da amostra BC40 para análise da porosidade e CH. . | 96 |
| Figura 5.46 - Esquema de segmentação da amostra AR40 para análise da porosidade e CH. . | 97 |
| Figura 5.47 - Desenvolvimento da porosidade e da portlandita das amostras ao longo da região da ZTI. | 98 |
| Figura 5.48 - Dispersão dos resultados de Dureza dos microconcretos. | 100 |
| Figura 5.49 - Dispersão dos resultados de Módulo de Indentação dos microconcretos. | 101 |
| Figura 5.50 - Linearização da relação entre Módulo de Indentação e Módulo de Elasticidade. | 103 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|-----|
| Tabela 3.1 - Propriedades química e física dos RMF's estudados pela literatura..... | 14 |
| Tabela 4.1 - Composição química do cimento CPI em %..... | 27 |
| Tabela 4.2 - Frações da areia normal..... | 27 |
| Tabela 4.3 - Consumo de materiais. | 35 |
| Tabela 5.1 - Composição química dos materiais..... | 50 |
| Tabela 5.2 - Resultado semi-quantitativo da composição mineralógica das amostras de RMF. | 52 |
| Tabela 5.3 - Massa específica dos materiais..... | 55 |
| Tabela 5.4 - Decis D ₉₀ D ₅₀ e D ₁₀ das amostras de rejeito e de cimento. | 57 |
| Tabela 5.5 - Área superficial específica e porosidade dos materiais..... | 62 |
| Tabela 5.6 - Volume e área de finos e volume de água por cm ³ de argamassa. | 64 |
| Tabela 5.7 - Resultado do teste ANOVA para a resistência à compressão dos microconcretos. | 67 |
| Tabela 5.8 - RSS das curvas de empacotamento de partículas dos microconcretos. | 68 |
| Tabela 5.9 - Resultado da teste ANOVA para a absorção de água, porosidade aberta e total e coeficiente de capilaridade dos microconcretos. | 72 |
| Tabela 5.10 - Resultado do teste ANOVA para o módulo de elasticidade e densidade aparente dos microconcretos..... | 81 |
| Tabela 5.11 - Resultado do teste ANOVA para a resistividade elétrica dos microconcretos. . | 83 |
| Tabela 5.12 - Resultado do teste ANOVA para a profundidade de carbonatação dos microconcretos..... | 85 |
| Tabela 5.13 - Dureza e Módulo dos microconcretos..... | 100 |
| Tabela 5.14 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de Dureza e Módulo de Indentação..... | 103 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|----------------|---|
| a/c | Relação água-cimento |
| ABCP | Associação Brasileira de Cimento <i>Portland</i> |
| ABNT NM | Associação Brasileira de Normas Técnicas - Norma Mercosul |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| ANA | Agência Nacional de Águas |
| ANM | Agência Nacional de Mineração |
| AR | Rejeito Arenoso |
| ASE | Área Superficial Específica |
| BET | Brunauer, Emmett e Taller |
| BJH | Barret, Joyner e Halenda |
| BS | Rejeito do Beneficiamento Simples |
| BC | Rejeito do Beneficiamento Complexo |
| CH | Hidróxido de Cálcio - Portlandita |
| CGEE | Centro de Gestão e Estudos Estratégicos |
| CNH | Cimento Não Hidratado |
| COD | <i>Crystallography Open Database</i> |
| CPI | Cimento Portland tipo I |
| CRI | Categoria de Risco |
| C-S-H | Silicato de Cálcio Hidratado |
| DNPM | Departamento Nacional de Produção Mineral |
| DPA | Dano Potencial Associado |
| DRX | Difração de Raios-X |
| EDS | Espectrometria de Energia Dispersiva |
| FRX | Fluorescência de Raios-X |
| IBRAM | Instituto Brasileiro de Mineração |
| IPT | Instituto de Pesquisa Tecnológica |
| IUPAC | <i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i> |
| LOI | <i>Lost of Ignition</i> – Perda ao Fogo |
| MEV | Microscopia de Varredura por Elétrons |
| MME | Ministério de Minas e Energia |
| NLDFT | <i>Non Local Density Functional Theory</i> |
| PIB | Produto Interno Bruto |

| | |
|-------------|--|
| QF | Quadrilátero Ferrífero |
| RE | Região Externa |
| RIC | Região Interna Central |
| RII | Região Interna Intermediária |
| RMF | Rejeito de minério de ferro |
| ROM | <i>Run-of-mine</i> |
| RSS | <i>Residual sum of Squares</i> – Soma Residual dos Quadrados |
| SF | Rejeito de <i>Sinter Feed</i> |
| SNIB | Sistema Nacional de Informações Sobre Segurança de Barragens |
| SNIC | Sindicato Nacional da Indústria do Cimento |
| UFMG | Universidade Federal de Minas Gerais |
| USGS | United State Geological Survey |
| ZTI | Zona de Transição Interna |

SUMÁRIO

| | | |
|------------|---|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO | 1 |
| 2 | OBJETIVOS | 3 |
| 3 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 4 |
| 3.1 | A mineração e o minério de ferro | 4 |
| 3.2 | Beneficiamento do minério de ferro e geração de rejeitos..... | 7 |
| 3.3 | Impactos socio ambientais associados à mineração | 9 |
| 3.4 | Aproveitamento de rejeito de minério de ferro | 12 |
| 3.4.1 | Formas de aproveitamento e propriedades dos rejeitos de minério de ferro..... | 12 |
| 3.4.2 | Influência do rejeito da mineração de ferro em materiais de construção | 18 |
| 4 | METODOLOGIA | 25 |
| 4.1 | Materiais | 26 |
| 4.1.1 | Aglomerante | 26 |
| 4.1.2 | Agregado | 27 |
| 4.1.3 | Rejeitos de minério de ferro | 27 |
| 4.2 | Preparação das amostras..... | 32 |
| 4.3 | Caracterização dos rejeitos de minério de ferro | 32 |
| 4.3.1 | Caracterização química e mineralógica..... | 32 |
| 4.3.2 | Caracterização física | 33 |
| 4.4 | Produção dos microconcretos | 34 |
| 4.5 | Propriedades no estado fresco..... | 35 |
| 4.6 | Propriedades no estado endurecido..... | 36 |
| 4.6.1 | Resistência à compressão | 36 |
| 4.6.2 | Módulo de elasticidade dinâmico..... | 37 |
| 4.6.3 | Absorção de água e porosidade | 39 |
| 4.6.4 | Resistividade elétrica..... | 41 |
| 4.6.5 | Estudo da carbonatação acelerada..... | 43 |
| 4.6.6 | Propriedades microestruturais | 45 |
| 5 | RESULTADOS..... | 50 |
| 5.1 | Caracterização..... | 50 |
| 5.1.1 | Composição química e mineralógica | 50 |
| 5.1.2 | Massa específica..... | 55 |

| | | |
|------------|---|------------|
| 5.1.3 | Granulometria e morfologia de partículas | 56 |
| 5.1.4 | Área superficial específica e porosidade | 59 |
| 5.2 | Propriedades no estado fresco | 63 |
| 5.3 | Propriedades no estado endurecido | 65 |
| 5.3.1 | Resistência à compressão | 65 |
| 5.3.2 | Absorção de água e porosidade | 71 |
| 5.3.3 | Módulo de elasticidade dinâmico e densidade | 79 |
| 5.3.4 | Resistividade elétrica..... | 81 |
| 5.3.5 | Carbonatação Acelerada..... | 84 |
| 5.3.6 | Microestrutura | 88 |
| 5.3.7 | Nanoindentação | 99 |
| 6 | CONCLUSÕES | 104 |
| | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 107 |

1 INTRODUÇÃO

O ferro primário, obtido do minério de ferro, é o elemento essencial para produção do aço, material este que está presente em diversos produtos e tem fundamental importância no desenvolvimento da sociedade moderna. No Brasil, o setor da mineração representa um significativo papel na economia, contribuindo com cerca de 16% do Produto Interno Bruto (PIB) industrial (IBRAM, 2018). Segundo a Agência Nacional de Mineração (ANM, 2020), o minério de ferro corresponde a mais de 70% dos minerais metálicos produzidos no país e, somente em 2019, foram produzidos 396 milhões de toneladas de minério beneficiado.

A mineração de ferro, no entanto, também está associada a impactos ambientais, devido à extensão de áreas alteradas nas minas e ao grande volume de resíduos gerados no processo de extração e beneficiamento do minério. Estima-se que, em média, para cada tonelada de minério de ferro beneficiado, 0,4 tonelada de rejeito é gerada, podendo ser, em alguns casos, até a mesma quantidade da substância produzida (IPT, 2016; DAUCE *et al.*, 2018). Os rejeitos de minério de ferro (RMF), principalmente quando depositados nas barragens, necessitam de um monitoramento minucioso, uma vez que sua quantidade e forma de disposição podem representar um elevado risco para a população. Com o crescimento da atividade mineradora, cada vez mais, as barragens têm aumentado de tamanho, o que dificulta seu gerenciamento e pode levar ao seu colapso. Nos últimos anos, diversos rompimentos de barragem de rejeitos ocorreram, causando impactos ambientais e socioeconômicos. Na cidade de Mariana, em 2015, duas barragens se romperam, liberando 62 milhões de metros cúbicos de rejeito e atingindo áreas a até 100 km do local (G1, 2015). Outro exemplo é o rompimento da barragem em Brumadinho, em 2019, despejando 12 milhões de metros cúbicos que mataram 249 pessoas (G1, 2019).

Nesse cenário, introduz-se a indústria da construção civil, que tem capacidade de absorver subprodutos industriais na fabricação de alguns materiais e pode ser uma solução para a problemática apresentada. A busca pela redução do consumo de cimento e da exploração de recursos naturais são algumas das motivações para a introdução de resíduos na composição dos materiais cimentícios. Isso se deve aos impactos ambientais associados à produção do cimento, que libera cerca de 842 kg de CO₂ por tonelada de clínquer produzido (CSI/ECRA, 2017) e ao esgotamento das jazidas de areia natural. Assim, alguns resíduos podem ser utilizados como matéria-prima na produção do clínquer ou como insumo de compósitos cimentícios: agregado, substituindo parcialmente o cimento ou sendo simplesmente adicionados à mistura. Deste

modo, além de consumir um resíduo, o aproveitamento deste contribui para mitigação dos impactos ambientais relacionados ao cimento e ao consumo de recursos naturais.

Os RMF's, em razão da sua granulometria e composição química, são materiais potenciais para o uso como matéria-prima em produtos destinados à construção civil (YELLISHETTY *et al.*, 2008). Segundo Peixoto *et al.* (2016), o RMF tem se mostrado técnica, econômica e ambientalmente viável para produção de matrizes cimentícias, podendo ser utilizado na confecção de argamassas (CARRASCO *et al.*, 2017; FONTES *et al.*, 2016), materiais cerâmicos (SILVA *et al.*, 2014; WEISHI *et al.*, 2018), concreto (SHETTIMA *et al.*, 2016; COSTA, 2016; KURANCHIE *et al.*, 2015; MAGALHÃES *et al.*, 2017) e concreto de ultra-alto desempenho (ZHAO *et al.*, 2014).

De forma geral, o rejeito de minério de ferro se apresenta como um material fino, denso e cristalino, tendo como principais constituintes o ferro, silício e alumínio (FONTES, 2013; GALVÃO *et al.*, 2018). Entretanto, em função dos diferentes processos de beneficiamento e das mudanças na litologia da jazida, os rejeitos de minério de ferro podem apresentar grande variabilidade em suas características físico-químicas. À vista disso, há ainda a necessidade de se estudar a influência da heterogeneidade do RMF nas propriedades de produtos cimentícios. Embora já existam pesquisas com a utilização do RMF, sua aplicação como adição e o estudo dos seus efeitos na durabilidade e microestrutura do compósito, aspectos importantes no desempenho do produto final, ainda foram pouco explorados.

Portanto, este estudo busca caracterizar química e fisicamente os RMF's, avaliando sua heterogeneidade e sua influência quando aplicados como adição em microconcretos (argamassas estruturais). Para isso, foram coletadas quatro amostras de RMF's distintos, avaliando-se a resistência à compressão, absorção de água e porosidade, módulo de elasticidade, resistividade elétrica, resistência à carbonatação, características da microestrutura e a dureza da zona de transição dos microconcretos com adição de 40% de rejeito. Com esta pesquisa, espera-se contribuir para a ampliação do conhecimento sobre a aplicação dos rejeitos da mineração de ferro em compósitos cimentícios e para uma utilização mais eficiente e precisa tecnicamente.

2 OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo geral estudar a influência da heterogeneidade de rejeitos de minério de ferro, quando utilizados como adição no teor de 40%, nas propriedades de microconcretos.

Para o atendimento do objetivo geral, tem-se como objetivos específicos:

- caracterizar e avaliar a heterogeneidade dos rejeitos de minério de ferro;
- analisar as propriedades físicas dos microconcretos no estado fresco;
- identificar a influência das adições nas propriedades mecânicas (resistência à compressão e módulo de elasticidade) dos microconcretos no estado endurecido;
- identificar a influência das adições em indicadores de durabilidade (porosidade, absorção de água, resistividade elétrica e carbonatação) dos microconcretos no estado endurecido; e
- analisar as propriedades microestruturais da matriz cimentícia e da zona de transição (dureza e módulo de elasticidade) dos microconcretos com e sem adição de 40% de rejeitos de minério de ferro.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, são apresentados os dados de produção do minério de ferro no Brasil e no mundo, destacando sua importância econômica, as principais reservas existentes no país e as características dos minérios explorados. Ademais, são expostas as formas de beneficiamento do minério de ferro, a geração de rejeitos e suas características, bem como o estado da arte a respeito do aproveitamento desse resíduo.

3.1 A mineração e o minério de ferro

Com cerca de 8,5 milhões de km² de extensão territorial emersa, o Brasil possui uma vasta diversidade de formações geológicas e jazidas minerais (CGEE, 2018). Assim, a exploração mineral no país tem grande importância para a economia, desde os tempos da Colônia. Segundo Barreto (2002), no final do século XVII, a atividade mineradora se iniciou pela extração do ouro e diamante e, com a intensa exploração, ao final do século XVIII, as minas começaram a se esgotar. Ao longo do tempo, com a descoberta de novos depósitos de minerais metálicos e com o desenvolvimento de tecnologias para mineração, outras substâncias se destacaram economicamente, entre elas o ferro. A exploração do minério de ferro ganhou destaque em meados do século XX e, com o desenvolvimento das indústrias siderúrgicas, se tornou essencial para manter uma forte base industrial.

Atualmente, conforme dados da ANM (2020) (Figura 3.1), essa substância tem a produção mais significativa entre os minerais metálicos explorados no Brasil, com 72,8% de participação no valor da produção mineral comercializada em 2019. No mesmo ano, a produção de minério de ferro bruto do Brasil foi de mais de 510 milhões de toneladas, tendo sido exportados 408 milhões de toneladas (bruto e beneficiado), o que gerou mais de R\$93 bilhões para o país. Além disso, a indústria extrativa mineral como um todo representa 1,4% do PIB Brasil e emprega cerca de 174 mil trabalhadores diretamente (IBRAM, 2019).

Segundo a *United State Geological Survey* (USGS, 2020), o Brasil é detentor de quase 17% das reservas de minério de ferro do mundo, com teor médio de ferro acima de 51%, e é classificado como o segundo maior produtor do mineral, perdendo apenas para a Austrália. A China é a terceira colocada no ranking, entretanto, suas reservas possuem um baixo teor de ferro, abaixo de 35%, o que faz com que o país seja um dos principais

importadores do minério brasileiro. Desta maneira, observa-se a importância do setor mineral na economia do país e do mundo.

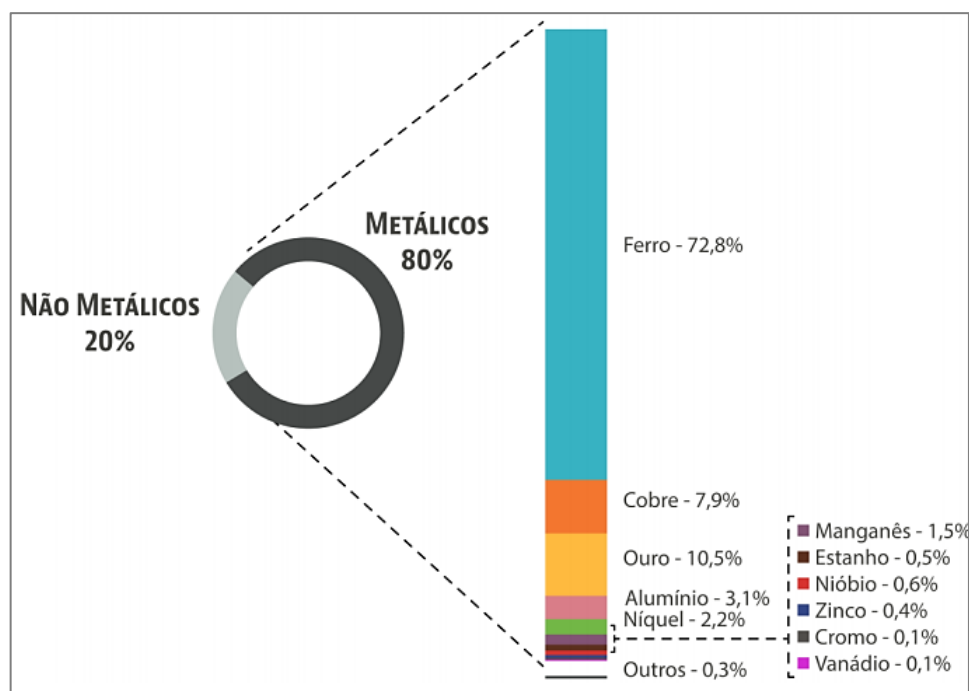


Figura 3.1 - Participação das principais substâncias metálicas no valor da produção mineral comercializada em 2019.

Fonte: ANM, 2020.

Os principais minerais portadores de ferro são óxidos, como a hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4), goethita (FeO/OH) e siderita (FeCO_3), sendo os dois primeiros os que apresentam maior viabilidade econômica (CARVALHO *et al.*, 2014). No Brasil, os depósitos minerais são constituídos de formações ferríferas bandadas, chamadas de “itabiritos”, compostas, principalmente, por minerais de sílica e de ferro (hematita, magnetita e algumas variedades de carbonatos e silicatos) (CARVALHO *et al.*, 2014; ARAÚJO, *et al.*, 2013; WOLFF, 2009). Isso justifica a grande produção e exportação do minério de ferro brasileiro.

De acordo com o Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM, 2018), as principais reservas brasileiras estão localizadas, principalmente em três regiões do país: no Quadrilátero Ferrífero, em Minas Gerais, com 74,4% das reservas nacionais e teor de ferro médio de 41,1%; na região de Carajás, no Pará, com 19,5% das reservas nacionais e teor de ferro médio de 65,6%; e no Mato Grosso do Sul, com 2,2% das reservas nacionais e teor de ferro médio de 63,7%. O Quadrilátero Ferrífero (QF), ilustrado na Figura 3.2, é assim chamado devido à sua configuração geométrica, delimitando uma região grosseiramente

quadrada, que se estende entre as cidades de Belo Horizonte e Ouro Preto, incluindo municípios como Caeté, Itabira, Itaúna, João Monlevade, Mariana, Sabará e Santa Bárbara.

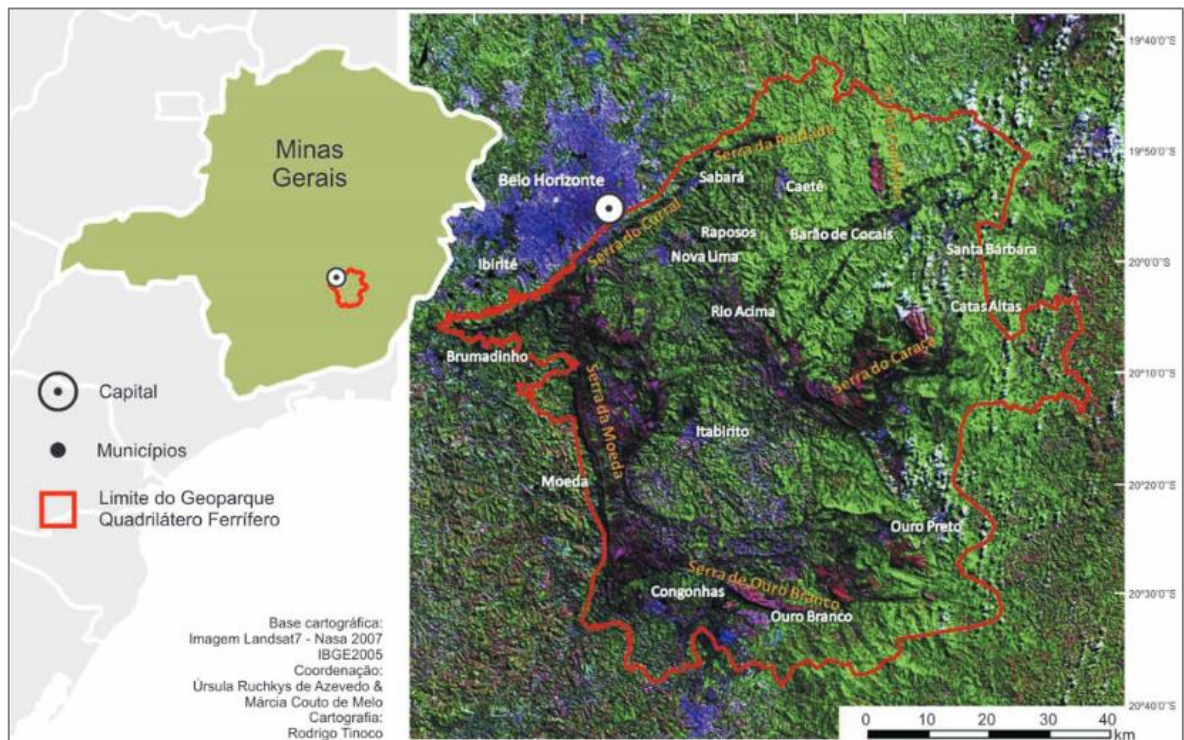


Figura 3.2 - Localização e limites do Quadrilátero Ferrífero
Fonte: AZEVEDO *et al.* (2012).

O QF ocupa uma área aproximada de 7.000 km² na porção centro-sudeste do Estado de Minas Gerais, sendo internacionalmente reconhecido como um importante terreno pré-cambriano com significativos recursos minerais, em especial ouro e ferro (AZEVEDO *et al.*, 2012). Segundo Carvalho *et al.* (2014), o minério de ferro explorado no QF pode ser dividido em dois grupos principais: o minério itabirítico e o minério hematítico (de alto teor), classificados de acordo com o conteúdo mineral e a textura. O minério itabirítico, mais encontrado na região, é definido por bandas alternadas de óxido de ferro e bandas de sílica, com teores de Fe total variando de 20 a 55%. Pode ser compacto, friável ou pulverulento, dependendo da intensidade de atuação dos processos superficiais de decomposição. O minério hematítico é mais homogêneo, sendo constituído, basicamente, de hematita (teores acima de 64%), e encontrado em estrutura compacta, pulverulenta, foliada ou granular. Além desses, encontram-se no QF outros tipos de minério, produtos do intemperismo.

3.2 Beneficiamento do minério de ferro e geração de rejeitos

Os minérios de ferro constituem os insumos básicos para a fabricação do aço, material de fundamental importância na civilização moderna. Entretanto, frequentemente, os minerais não estão apresentados na natureza na forma em que serão consumidos pela indústria. Isso se deve ao tamanho de suas partículas e/ou por estarem associados a outros minerais indesejáveis para o processo industrial (QUARESMA, 2009). Portanto, o minério lavrado, ou “ROM” (*run-of-mine*), deve ser submetido ao processo de beneficiamento.

Segundo Luz e Lins (2010), o beneficiamento de minérios consiste de operações visando modificar a granulometria, a concentração relativa das espécies minerais presentes ou a forma dos minerais. Entretanto, para que se possa concentrar o minério, é necessário que os minerais estejam fisicamente liberados, sendo, para isso, preciso a operação de britagem e/ou moagem. Nesta etapa, o minério sofre redução do tamanho das partículas até dimensões adequadas para o processo de concentração. Os autores destacam que, por ser um processo caro, devido ao consumo de energia e uso de muitos equipamentos, o material deve ser fragmentado somente até o estritamente necessário à operação seguinte. Com os minerais liberados, o material é separado da maior parte da ganga (minerais indesejáveis), na etapa de concentração, que geralmente é realizada à úmido.

O processo de beneficiamento, de forma geral, pode ser dividido em operações, conforme ilustra o fluxograma típico, na Figura 3.3, classificadas, como:

- (i) cominuição: britagem e moagem;
- (ii) peneiramento (separação por tamanhos) e classificação (ciclonagem, classificação em espiral);
- (iii) concentração: gravítica, magnética, eletrostática, flotação etc.
- (iv) desaguamento: espessamento e filtração;
- (v) secagem: secador rotativo, spray dryer, secador de leito fluidizado;
- (vi) disposição de rejeito.

Diversos são os equipamentos existentes para a execução de cada operação e a definição do processo de beneficiamento depende das condições da mina e dos recursos financeiros da mineradora. Em alguns casos, o alto teor de ferro de uma jazida dispensa os processos de concentração, sendo apenas necessário um ajuste granulométrico para obtenção do produto adequado à siderurgia (QUARESMA, 2009; GOMES, 2009).

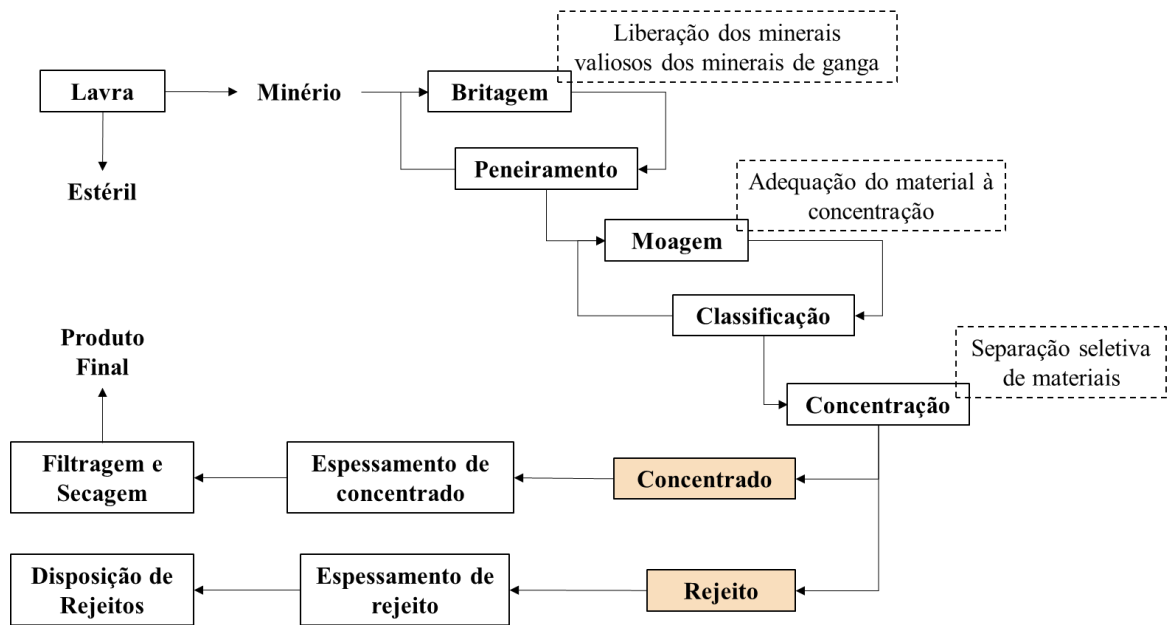


Figura 3.3 - Fluxograma típico de beneficiamento de minérios.

Fonte: Adaptado de Luz e Lins (2010).

Segundo o DNPM (2009), usualmente, os produtos gerados na mineração de ferro são classificados como: ferro granulado ($6,35 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 38,10 \text{ mm}$), *sinter feed* ($0,15 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 6,35 \text{ mm}$) e *pellet feed* ($\varnothing \leq 0,15 \text{ mm}$). Os granulados são utilizados diretamente nos altos fornos nas indústrias siderúrgicas, enquanto os finos necessitam passar por um processo de aglomeração (sinterização e pelotização) para posteriormente serem adicionados nos fornos de redução. Na atividade mineradora, também são gerados dois tipos de resíduos: os estéreis e os rejeitos de minério de ferro (RMF). Os estéreis são os materiais oriundos da extração do minério na lavra e que não possuem valor econômico, sendo depositados em pilhas. Os rejeitos são os resíduos resultantes dos processos de beneficiamento, comumente gerados sob a forma de polpa (água e sólidos) (FONTES, 2013; SILVA *et al.*, 2012).

Considerando a grande produção do minério no Brasil e no mundo, as quantidades de resíduos gerados no processo também são elevadas. Segundo um levantamento realizado pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo (IPT, 2016), foi estimado que 40% do minério bruto brasileiro é perdido como rejeito durante o processo de beneficiamento. Portanto, levando-se em conta a produção de minério de ferro, em 2019, de 510 milhões de toneladas, a geração de rejeitos foi em torno de 204 milhões de toneladas. Segundo a projeção de Silva *et al.* (2012), em estudo de diagnóstico de resíduos da mineração, estima-se que em 2030, a mineração de ferro irá gerar cerca de 265,5 milhões de toneladas de

rejeitos, o que representaria 41,38% dos rejeitos da mineração de substâncias não energéticas.

Dependendo do teor de ferro da mina e dos processos de beneficiamento, o volume de rejeitos gerado por minério produzido pode variar. Na China, cujos teores de ferro das reservas ficam em torno de 34,5% (USSG, 2020), cerca de 1,5 tonelada de rejeitos é gerado por tonelada de minério de ferro concentrado (WANG, LI E XIN, 2000 *apud* LIU *et al.*, 2012). Isso se deve à necessidade de beneficiamentos mais complexos para máxima concentração do mineral. Na Índia, que possui reservas com, em média, 59% de teor de Fe (USSG, 2020), gera-se de 15 a 25% de rejeitos, em relação ao minério extraído (JENA *et al.*, 2015).

Andrade (2014) destaca que muitas vezes os rejeitos descartados e depositados em barragens podem apresentar concentração de ferro superior a alguns minérios de baixo teor, que são lavrados por empresas minerárias. Portanto, o conhecimento das características dos rejeitos favorece a viabilização de seu aproveitamento como subproduto na própria usina, ou em outro segmento industrial (GOMES *et al.*, 2011). De forma geral, os RMF's apresentam como características: granulometria próxima das areias naturais, tendo como principais constituintes o ferro, o silício e o alumínio (FONTES *et al.*, 2016; OSINUBI *et al.*, 2015). Em função do método de beneficiamento adotado e das propriedades do minério bruto, Luz e Lins (2010) e Wolff (2009) relatam que os rejeitos gerados adquirem características distintas, tanto físicas quanto mineralógicas.

Os produtos e os rejeitos de minério de ferro podem ser definidos pelos teores de ferro, impurezas (SiO_2 , Al_2O_3 , PO_4), e pelas classes de frações granulométricas (GOMES, 2009). Segundo Espósito (2000), os rejeitos de granulometria fina são denominados lamas e os de granulometria grossa ($\text{Ø} \geq 75 \mu\text{m}$), granulares. Os rejeitos granulares são, geralmente, depositados em pilhas, enquanto a lama tem a barragem de rejeitos como disposição final (COSTA *et al.*, 2014).

3.3 Impactos socio ambientais associados à mineração

As barragens de rejeitos são estruturas de contenção que retêm líquido e lama (PEIXOTO *et al.*, 2016) e, segundo o IBRAM (2016), são a forma de disposição de rejeitos de mineração mais comumente utilizada no Brasil. Sua construção e operação podem causar alteração da paisagem, alteração das propriedades do solo, erosão, assoreamento de cursos

de água, alteração da dinâmica hídrica superficial e subterrânea, alteração da qualidade da água superficial e da qualidade do ar (ANDRADE, 2014). Nesta forma de disposição dos rejeitos, além dos aspectos intrínsecos da construção e da segurança, é necessário que o reservatório formado para conter o material seja estanque para impedir a infiltração de efluentes danosos à qualidade das águas (IBRAM, 2016).

De acordo com Yellishetty *et al.* (2008), os resíduos de mineração podem consistir em materiais naturais sem qualquer modificação diferente da trituração ou de materiais naturais processados e possivelmente contendo aditivos químicos, inorgânicos e orgânicos, adicionados na fase de enriquecimento do minérios. Edraki *et al.* (2014) destacam que a os finos e a lama podem prejudicar a estabilidade das instalações do seu próprio armazenamento e que os reagentes utilizados na etapa de beneficiamento como coletores, floculantes, óleos ou qualquer agente químico, agravam o risco de contaminação de solos e água.

A importância dos impactos da mineração em área urbana vem do seu alto grau de ocupação, que é agravada quanto maior a proximidade de áreas onde ocorre a atividade. Dessa forma, com o grande volume de resíduos gerados, além de uma pesada carga econômica para manutenção e monitoramento, os principais problemas ambientais e riscos à segurança nas regiões de mineração são devidos a possibilidade de ocorrência de rompimento das barragens (HUANG *et al.*, 2013). Por serem, muitas vezes, estruturas de grande porte, as barragens de rejeito podem apresentar expressivos danos potenciais em decorrência de seu rompimento, vazamento, infiltração no solo ou mau funcionamento (ANDRADE, 2014).

Historicamente, muitos rompimentos de barragens ocorreram ao redor do mundo, conforme é apresentado na Figura 3.4. De acordo com Azam e Li (2010), com o aumento da atividade mineradora nas décadas de 60 a 80, após a II Guerra Mundial, aumentaram-se também as falhas nas barragens. Com a evolução da experiência em engenharia, desenvolvimento de tecnologias e aprimoramento dos critérios de segurança, as falhas reduziram significativamente nos anos 90. Segundo os autores, de 1910 a 2010, a taxa de falhas em barragens de rejeitos foi em média de 1,2%, o que é mais de duas vezes superior à taxa de rompimento de barragens de água. De forma geral, os rompimentos ocorrem mais frequentemente em barragens com alturas de 15 a 30 m.

No Brasil, conforme dados do Relatório de Segurança de Barragens da Agência Nacional de Águas (ANA, 2018), existem 935 barragens cadastradas no Sistema Nacional de Informações Sobre Segurança de Barragens (SNIB) como barragens para contenção de rejeitos de mineração, sendo 413 localizadas no estado de Minas Gerais. Segundo a Lei nº

12.334/201, as barragens são classificadas por (i) Categoria de Risco (CRI) alto, médio ou baixo, em função de características técnicas, estado de conservação do empreendimento e atendimento ao plano de segurança da barragem; e (ii) pelo Dano Potencial Associado (DPA) alto, médio ou baixo, em função de potencial de perdas de vidas humanas e impactos econômicos, sociais e ambientais decorrentes da ruptura barragem (ANA, 2018). Do total de barragens, 308 têm altura superior à 15 metros, 8 são classificadas como alto risco e 256 como alto dano potencial associado.

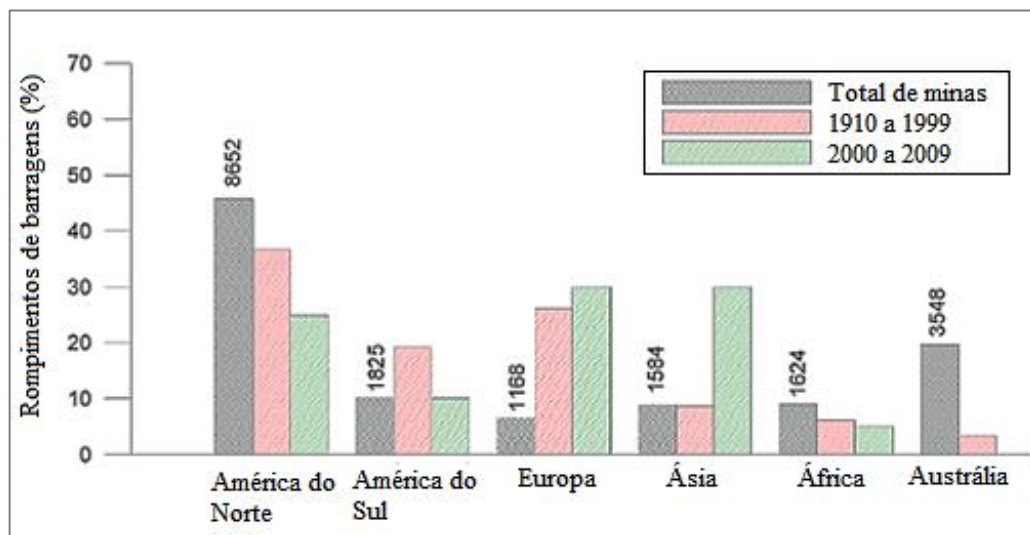


Figura 3.4 - Distribuição de rompimentos de barragens no mundo ao longo do tempo.

Fonte: Adaptado de Azam e Li (2010).

Devido às dimensões do setor da mineração no país, nos últimos anos, desastres ambientais associados ao rompimento de barragens têm ganhado destaque. Em novembro de 2015, ocorreu o maior desastre ambiental da história do Brasil, quando rompeu-se a barragem de Fundão, no município de Mariana, em Minas Gerais, atingindo aldeias e áreas vizinhas. A barragem estava operando com 55 milhões de metros cúbicos, dos 60 milhões da capacidade total projetada (G1, 2015). Após seu rompimento, a barragem de Santarém também rompeu, liberando mais 7 milhões de metros cúbicos, o limite de sua capacidade. Com a falha nas barragens, aproximadamente, 62 milhões de metros cúbicos foram liberados para a área até 100 km de distância. Os rejeitos de mineração atingiram o rio do Carmo, que depois se encontra com o Piranga, formando o Rio Doce – um dos maiores rios do estado, que desagua em Linhares, no litoral do Espírito Santo (G1, 2015; THE GUARDIAN, 2015). No desastre, 19 pessoas morreram e a enxurrada de lama inundou diversas casas, principalmente no distrito de Bento Rodrigues-MG.

Pouco tempo depois, em janeiro de 2019, o rompimento da barragem de rejeitos de minério de ferro da mina do Feijão, em Brumadinho-MG, marcou novamente a mineração no país. Apesar de ter sido despejada uma quantidade menor de rejeitos (12 milhões de m³), em comparação ao rompimento em Mariana, os impactos sociais e ambientais também foram expressivos. Com o desastre, 249 pessoas morreram, entre moradores locais e funcionários da empresa, e 21 pessoas seguem desaparecidas ou sem identificação (G1, 2019). Além disso, a lama atingiu o rio Paraopeba, que tem sua foz na represa de Três Marias e é um dos principais afluentes do rio São Francisco, fazendo parte do abastecimento de água da Região Metropolitana de Belo Horizonte. A barragem foi construída em 1976, pelo método de alteamento a montante por outra empresa, e adquirida pela mineradora em 2001. Na época do rompimento, a barragem operava com 86 metros de altura e 720 metros de comprimento (INSTITUTO ENGENHARIA, 2019).

3.4 Aproveitamento de rejeito de minério de ferro

Devido ao contexto problemático dos rejeitos de minério de ferro, pesquisadores buscam a mitigação dos impactos ambientais por eles causados, aplicando-os em materiais de construção de diferentes formas, de acordo com as propriedades dos rejeitos. A seguir, são expostas as formas de aproveitamento deste material, bem como suas propriedades e influências em materiais de construção.

3.4.1 Formas de aproveitamento e propriedades dos rejeitos de minério de ferro

A principal aplicação do RMF apresentada na literatura é como substituição ao agregado, em materiais cimentícios. Isso se justifica pelo elevado teor de quartzo presente em sua composição e por ser relativamente inerte em granulometrias próximas da areia (ZHAO *et al.*, 2014; CARRASCO *et al.*, 2017), possibilitando a redução da exploração de areias naturais nos leitos de rios. Entretanto, muitos autores relatam também a presença de partículas de grande finura, incentivando a atuação do resíduo como substituinte do aglomerante ou como adição em matrizes cimentícias, sendo, para isso, necessário um simples ajuste de granulometria (FONTES *et al.* 2016; CASTRO, 2018).

Andrade (2014) destaca que a utilização dos RMF's como agregado miúdo para concreto está limitada mais pelo tamanho das partículas do que pela composição química.

Isto se deve ao fato de que as impurezas orgânicas e compostos químicos prejudiciais à este tipo de uso não são característicos dos rejeitos da mineração de ferro. Entretanto, segundo a autora, a presença de óxidos de ferro no RMF dá coloração avermelhada a concretos e argamassas, o que pode ser indesejável do ponto de vista estético. Além disso, em grande quantidade, pelo efeito da dilatação, os óxidos de ferro do RMF podem influenciar no aparecimento de trincas e rachaduras. Por outro lado, a presença de óxidos de ferro em agregados miúdos, mais especificamente a hematita, dá origem a concretos de alta densidade e resistência.

Para melhor compreensão das propriedades físico-químicas dos rejeitos estudados pela literatura e a influência dessas nas propriedades do compósito cimentício com a introdução dos rejeitos, na Tabela 3.1, estão listadas as principais características dos RMFs estudados por diferentes autores. Esta foi dividida em função do uso do rejeito: como substituto parcial do agregado, substituto parcial do aglomerante, para produção de argamassas e concretos, estudo de caracterização do rejeito e outros usos como material para construção de estradas (BASTOS *et al.*, 2016), produção de cerâmica (SILVA *et al.*, 2014), argamassas geopoliméricas (BORGES *et al.*, 2019), pigmento para tinta (GALVÃO *et al.*, 2018), tijolo ecológico (WEISHI *et al.*, 2018). Dentre as características, destacam-se a composição química, reatividade, granulometria, massa específica, área superficial específica (ASE) e forma e textura das partículas.

Observa-se que a composição química e física do resíduo é muito variada, o que mostra a importância da sua caracterização previamente à aplicação em compósitos cimentícios. O teor de ferro do RMF se situa na faixa de 8 a 59%, devido aos diferentes processos de beneficiamento e extração do minério, sendo necessárias sucessivas etapas de britagem, peneiramento e outros procedimentos (RODRIGUES *et al.*, 2017). Além disso, a heterogeneidade se justifica pelas diferenças na natureza de formação geológica do depósito (YELLISHETTY *et al.*, 2008). No caso dos resíduos chineses, nota-se um baixo teor de ferro (LIU *et al.*, 2012; YU *et al.*, 2012; ZHAO *et al.*, 2014) em comparação à mineração brasileira (FONTES *et al.*, 2016; CASTRO, 2018). Apesar da China ser um país de importante produção de minério de ferro do mundo, suas jazidas podem conter baixa concentração de ferro em sua composição, o que justifica o baixo teor em seu resíduo.

Tabela 3.1 - Propriedades química e física dos RMF's estudados pela literatura.

| Autor | Propriedades química | | | | Propriedades físicas | | | |
|----------------------------------|--------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------|--|---------------------------------------|--|----------------------------------|
| | SiO ₂ | Fe ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | Reatividade | Granulometria | Massa específica (g/cm ³) | Área superficial específica (m ² /kg) | Forma e textura |
| Substituição do agregado | | | | | | | | |
| XIAOXIN <i>et al.</i> (2011) | - | - | - | - | Módulo de finura 2,5 | 2,78 | - | - |
| ARISTIMUNHO; BERTOCINI (2012) | - | - | - | - | > 50% passante na #200 | 3,79 | - | - |
| LIU <i>et al.</i> (2012) | 69% | 14% | 3,6% | - | entre 75 µm e 4,75 mm | 1,45 | - | - |
| YU <i>et al.</i> (2012) | 73% | 9% | 7% | - | Módulo de finura ~1,0 | 2,8 | - | Partículas irregulares |
| COSTA <i>et al.</i> (2014) | 15% | 56% | 2% | - | Módulo de finura 3,1 | 3,76 | - | - |
| GUODONG <i>et al.</i> (2014) | 45% | 13% | 10% | - | Módulo de finura 1,3 | - | - | - |
| ZHAO <i>et al.</i> (2014) | 52% | 9% | 17% | - | < 1 mm | 2,62 | - | Partículas rugosas e irregulares |
| GOYAL <i>et al.</i> (2015) | - | - | - | - | Módulo de finura 2,5 | 3,21 | - | Partículas esféricas |
| KURANCHIE <i>et al.</i> (2015) | 57% (*) | 25% (**) | 10% (***) | - | < 4,75 mm (miúdo) entre 20mm e 10 mm (graúdo) | 2,65 | - | - |
| FONTES <i>et al.</i> (2016) | 24,2% | 45,9% | 4,8% | - | 75 µm | 3,88 | - | - |
| SHETTIMA <i>et al.</i> (2016) | 56% (*) | 8% (**) | 10% (***) | - | < 1 mm | 2,6 | - | Partículas rugosas e irregulares |
| CARRASCO <i>et al.</i> (2017) | 46% fino 68% granular | 34% fino 22% granular | 2% fino < 1% granular | - | 14% areia, 79% silte, 7% argila (fino) 44% areia, 54% silte, 2% argila (granular) | 3,47 (fino) 3,14 (granular) | - | - |

Nota: (*) Si; (**) Fe; (***) Al

Tabela 3.1 (continuação) - Propriedades química e física dos RMF's estudados pela literatura.

| Autor | Propriedades química | | | | Propriedades físicas | | | |
|-------------------------------------|----------------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------------|------------------------|---------------------------------------|--|---|
| | SiO ₂ | Fe ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | Reatividade | Granulometria | Massa específica (g/cm ³) | Área superficial específica (m ² /kg) | Forma e textura |
| Substituição do agregado | | | | | | | | |
| SANT'ANA FILHO <i>et al.</i> (2017) | 63% | 35% | 1,2% | - | 90% < 37 µm | 3,74 | - | - |
| SHETTIMA <i>et al.</i> (2018) | 56% | 8,3% | 10% | - | Módulo de finura 1,05 | 2,8 | - | - |
| Substituição do aglomerante | | | | | | | | |
| ARISTIMUNHO; BERTOCINI (2012) | - | - | - | - | > 50% passante na #200 | 3,79 | - | - |
| HUANG <i>et al.</i> (2013) | 69,52% | 8,13% | 7,44% | - | 90% < 100 µm | - | - | - |
| FONTES <i>et al.</i> (2016) | 24,2% | 45,92% | 4,8% | - | < 75 µm | 3,88 | - | Partículas porosas e irregulares |
| YUNHONG <i>et al.</i> (2016) | 75,23% | 11,31% | 2,64% | Baixa pozolanicidade | 10 - 20 µm | - | 2030 (BET) | - |
| MAGALHÃES <i>et al.</i> (2017) | 52,44% (*) | 28,92% (**) | 2,43% (***) | - | 90% < 12,80 µm | - | - | - |
| HAN <i>et al.</i> (2017) | 67,29 % | 8,95% | 8,49% | - | 50% < 7,31 µm | - | - | - |
| ZHOU <i>et al.</i> (2017) | 65,27% | 11,08% | 7,46% | - | 50% < 12,6 – 8,1 µm | - | 400 – 1000 (BET) | - |
| XIONG <i>et al.</i> (2017) | 51,89% | 13,45% | 5,39% | - | 90% < 45 µm | 2,95 | - | - |
| MAGALHÃES <i>et al.</i> (2018) | 23,00% | 66,98% (**) | 3,20% | Baixa Pozolanicidade | 90% < 28,35 µm | - | - | Partículas compactas de estrutura lamelar |

Nota: (*) Si; (**) Fe; (***) Al

Tabela 3.1 (continuação) - Propriedades química e física dos RMF's estudados pela literatura.

| Autor | Propriedades química | | | | Propriedades físicas | | | |
|----------------------------------|----------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------|--------------------------------|---------------------------------------|--|--|
| | SiO ₂ | Fe ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | Reatividade | Granulometria | Massa específica (g/cm ³) | Área superficial específica (m ² /kg) | Forma e textura |
| Adição | | | | | | | | |
| ARISTIMUNHO; BERTOCINI (2012) | - | - | - | - | > 50% passante na #200 | 3,79 | - | - |
| CASTRO (2018) | 25,6% (*) | 59,10% (**) | 3,13% (***) | - | entre 75 µm e 0,6 mm | 4,04 | 6019 (BET) | - |
| Estudo de Caracterização | | | | | | | | |
| YI <i>et al.</i> (2009) | 63,07% | 13,82% | 5,6% | Pozolânico | - | - | - | - |
| ANDRADE (2014) | 44,5 a 60,0% | 33,9 a 59,0% | 3,4 a 5,6% | - | Módulo de finura 0,34 a 0,74 | - | - | - |
| BEZERRA (2017) | 41,63% | 40,64% | 12,23% | - | 90% < 40 µm | 3,67 | - | Partículas irregulares e subarredondadas |
| Outros usos | | | | | | | | |
| SILVA <i>et al.</i> (2014) | 84,4% (*) | 15,1% (**) | 0,45% (***) | - | 40 - 105 µm | 2,87 | - | - |
| BASTOS <i>et al.</i> (2016) | 20,40% | 68,05% | 11,20% | - | > 85% passante na #200 | 3,55 | - | - |
| GALVÃO <i>et al.</i> (2018) | 30,0% | 47,8% | 21,2% | - | 90% < 46 µm | 3,53 | 553,8 (Blaine) | - |
| WEISHI <i>et al.</i> (2018) | 34,5% | 11,23 | 8,35% | - | 70% < 38,5 µm | - | - | - |
| BORGES <i>et al.</i> (2019) | 37,83 a 46,02% | 51,90 a 56,75% | - | - | 9,0 – 0,3 mm 0,6 – 0,075 mm | 3,05 a 3,10 | - | - |

Nota: (*) Si; (**) Fe; (***) Al

Com a presença de partículas finas e o incentivo da atuação do RMF como substituinte do aglomerante ou como adição em matrizes cimentícias, alguns autores relataram a possibilidade de reações pozolânicas do rejeito (XIONG *et al.*, 2017; CARRASCO *et al.*, 2017; CASTRO, 2018; ZHOU *et al.*, 2017; YUNHONG *et al.*, 2016). Entretanto, essa propriedade foi pouco avaliada de forma direta. Na maioria das pesquisas, utilizou-se a análise do difratograma de raios-X para verificação da elevada cristalinidade do RMF, indicando que o material tem pouca ou nenhuma reatividade no seu estado natural ou pouco cominuído, como observado por Magalhães *et al.* (2017). Nos estudos em que foi avaliada a pozolanicidade de forma direta, encontrou-se um baixo grau de pozolanicidade do material ativado com tratamento mecânico (YUNHONG *et al.*, 2016; MAGALHÃES *et al.*, 2018) e uma reatividade considerável com ativação térmica (YI *et al.*, 2009). Contudo, Zhou *et al.* (2017) destaca que os tratamentos mecânico e térmico podem aumentar a fase amorfa dos minerais, mas seus efeitos não são óbvios.

Embora tenha-se obtido resultados positivos em relação ao aumento da reatividade do resíduo, essas pesquisas encontram maior dificuldade devido à complexidade nos tratamentos, principalmente relacionados às altas temperaturas necessárias para a ativação da sílica (YI *et al.*, 2009) e o longo tempo necessário de moagem devido a dureza do quartzo (YUNHONG *et al.*, 2016).

Em relação à granulometria, nota-se a variedade de dimensões das partículas, entre 4,50 µm e 20 mm. Tal variação justifica as diferentes formas de utilização, sendo a fração acima de 75 µm utilizada como substituição ao agregado. 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.

De acordo com a norma NBR 7211 (ABNT, 2019), a zona ótima de agregados miúdos está situada entre os módulos de finura 2,20 a 2,90, a zona utilizável inferior entre 1,55 e 2,20 e a zona utilizável superior entre 2,90 e 3,50. A presença do material fino, menor que 75 µm, chamado material pulverulento, é indesejável quando se trata de uso como agregado miúdo para concreto, sendo aceitável um teor de 3 a 5%. Entretanto, teores elevados de finos são desejáveis como adições em concretos (ANDRADE, 2014). Nesse caso, considerando que o material é inerte, sua fração fina tem função de material filler,

melhorando o empacotamento de partículas e podendo promover maiores pontos de nucleação para formação dos compostos hidratados (HAN *et al.*, 2017; CASTRO, 2018). Devido à variação da composição química, principalmente do teor de ferro, a massa específica dos resíduos também apresenta grande diferença. É possível perceber que quanto maior o teor de ferro, maior é a massa específica. Castro (2018) destaca que apesar da elevada massa específica do material, seu uso como adição mineral não afeta muito o peso específico final dos compósitos cimentícios, não aumentando de forma significativa a sobrecarga nos elementos estruturais e fundações. A autora identificou um aumento de apenas 3% na massa específica de argamassas estruturais contendo adição de 40% de RMF.

A área superficial específica e a forma e textura das partículas foram propriedades pouco estudadas pelos autores, apesar de serem importantes características, que podem afetar a demanda de água de amassamento, influenciando o desempenho do compósito cimentício. A ASE dos RMF's estudados na literatura nas aplicações para a fração mais fina do material variou de 553 m²/kg para carga para produção de tinta, 2030 m²/kg para substituição de aglomerante em concreto e 6019 m²/kg para adição em argamassa estrutural.

Segundo Yunhong *et al.* (2016), a área superficial específica pode variar muito em função de algum processo de cominuição utilizado no RMF. Em seu estudo, os autores encontraram uma ASE de 138 m²/kg para o rejeito natural, enquanto que após processo de cominuição, essa propriedade atingiu 2030 m²/kg. Os autores ainda destacam que existe um limite de moagem do material, pois as partículas podem começar a se aglomerar, resultando em uma menor área superficial específica aparente. Em todos os casos, essa propriedade está relacionada com o tamanho das partículas, sua porosidade, ou textura. As partículas podem ser irregulares, lamelares, com predominância de baixa esfericidade e de diferentes texturas, a depender da sua composição mineralógica. Andrade (2014) afirma que partículas maiores, subarredondadas a angulosas são, provavelmente, quartzo, enquanto partículas mais tubulares podem ser hematita. Além disso, em muitos estudos, observou-se a presença de finas partículas aderidas às partículas maiores, o que é característico de argilominerais.

3.4.2 Influência do rejeito da mineração de ferro em materiais de construção

Os rejeitos da mineração de ferro constituem materiais com características interessantes para a construção civil, tendo sido utilizados em diferentes produtos, além de

compósitos cimentícios. Suas propriedades químicas, por exemplo, são próximas às requeridas para fabricação de produtos cerâmicos (ANDRADE, 2014). Nesse sentido, Silva *et al.* (2014), avaliou a viabilidade técnica da adição de 5% de RMF na produção de cerâmica vermelha. O estudo indicou que o rejeito promove uma melhora na resistência à tração na flexão, reduz a densidade e aumenta a porosidade. Entretanto, os resultados apontam para uma menor absorção de água, propriedade importante para determinação de sua durabilidade. Segundo os autores, isso se deve, provavelmente, à modificação da sinterabilidade da cerâmica com adição do rejeito.

Bastos *et al.* (2016) estudou a aplicação do RMF estabilizado quimicamente para produção de material para infraestrutura de estradas. No estudo, foram avaliadas composições com diferentes aglomerantes (cimento, cal e escória siderúrgica), utilizando o rejeito como agregado. Como resultado, os autores destacam que o uso do rejeito de minério de ferro oriundo das barragens como material para infraestrutura de estradas é tecnicamente viável, quando apropriadamente estabilizado. A presença de quartzo no RMF contribui para o desenvolvimento dos produtos de hidratação, formação de gel e no estabelecimento de reações para endurecimento do cimento. E a presença de minerais argilosos, como caulinita, é responsável pelas reações de de cimentação desenvolvidas nas misturas quimicamente estabilizadas com cal e escória.

Devido à presença do quartzo em sua composição, outra forma de utilização do RMF foi estudada por Borges *et al.* (2019): como material para a produção de argamassas geopoliméricas. As matrizes de geopolímero são compostas aluminossilicatos, como metacaulim, cinza volante ou escória de aciaria, ativados alcalinicamente. Na pesquisa, foram utilizados dois tipos de rejeitos de minério de ferro como substitutos ao agregado de quartzo natural na composição das argamassas, comparando os resultados com uma matriz composta por metacaulim ativado com silicato de sódio e solução de hidróxido de sódio. Os autores afirmam que ambos os RMF's estudados são ricos em hematita e sílica, o que densifica as matrizes geopoliméricas. Além disso, os geopolímeros com agregado de rejeito têm boa performance mecânica, sem redução da resistência à compressão. Entretanto, há aumento de porosidade, o que sugere a necessidade de maiores investigações à respeito da durabilidade desses materiais.

Os óxidos de ferro calcinados são amplamente utilizados para tintas, plásticos, cerâmica, devido sua elevada estabilidade (FAZENDA, 2005). Considerando a composição química, finura e a estabilidade dos rejeitos de minério de ferro, Galvão *et al.* (2018)

avaliaram a viabilidade técnica do uso do RMF como pigmento para tintas à base d'água com diferentes aglomerantes. Destaca-se que o uso desse resíduo tem vantagens econômicas em relação à pigmentos naturais inorgânicos, que requerem moagem e outros processos de beneficiamento, enquanto o RMF não. Os resultados indicaram um revestimento homogêneo para os ligantes de cimento Portland, cal e resina acrílica, mas que deve ser utilizado preferencialmente em ambientes não sujeitos a intempéries e/ou abrasão. E tintas com resina de acetato polivinílico demonstraram excelente cobertura, resistência à abrasão e às intempéries.

Embora existam algumas pesquisas com as aplicações supracitadas, a utilização do RMF como insumo para a produção de argamassas e concretos se destaca, sendo esses os materiais de construção mais estudados pela literatura. Portanto, analisaram-se as propriedades dos compósitos, buscando identificar tendências de comportamento e as influências do RMF nas misturas. Diferentes composições foram avaliadas, levando à impactos positivos e negativos com a introdução do rejeito. Vale ressaltar que os resultados são muito distintos devido não somente às diferenças nos rejeitos utilizados, mas também no fator água cimento (a/c), tipo de compósito, tipo de areia, método de mistura e de ensaio, função do RMF e seu teor aplicado.

Carrasco *et al.* (2017), buscando a influência da granulometria do RMF nas propriedades de argamassas de revestimento de alto desempenho, avaliaram composições contendo resíduo como agregado em diferentes faixas granulométricas, alcançando bons resultados em termos de fissuração e deformidades. Segundo os autores, o aumento de RMF na fração fina provê melhor empacotamento dos grãos, reduzindo a porosidade das argamassas. Estes resultados são consistentes com os resultados encontrados por (YU *et al.*, 2012) levando a uma melhor e mais complexa estrutura de poros das argamassas. Fontes (2013) utilizou o RMF com 50% das partículas com dimensões inferiores a 75 μm e fora da zona utilizável de areias. Substituindo o agregado natural por RMF nas argamassas de assentamento e revestimento, a autora observou um bom comportamento mecânico das misturas, entretanto, com redução da retenção de água, que é uma propriedade importante por estar relacionada com a aderência, durabilidade e estanqueidade do revestimento e da vedação.

De forma geral, a introdução do RMF como agregado miúdo em compósitos cimentícios tende a reduzir a trabalhabilidade na maioria dos estudos (SHETTIMA *et al.*, 2016; ISMAIL *et al.*, 2008; FONTES, 2013; GUODONG *et al.*, 2014; SHETTIMA *et al.*,

2018). Esta redução ocorre pela maior densidade do resíduo em relação ao agregado natural, (FONTES *et al.*, 2014), pela maior afinidade com a água (SHETTIMA *et al.*, 2018) e pela sua superfície altamente rugosa e irregular, enquanto a areia natural possui uma superfície mais lisa, indicando, dessa forma, um possível aumento de atrito entre as partículas (ZHAO, *et al.* 2014). Em partículas de elevada finura, a maior área superficial específica do resíduo também pode contribuir para redução da trabalhabilidade, devido à maior demanda de água na mistura (GUODONG *et al.*, 2014; HAN *et al.*, 2017). Isso vai de encontro aos resultados obtidos por Kuranchie *et al.* (2015), que ainda cita que a maior demanda de água reduz a força de interação entre a pasta de cimento e o agregado. Entretanto, Shettima *et al.* (2018) destacam que, com a adição de superplastificante, há um aumento de coesão entre as partículas, influenciando a trabalhabilidade.

A influência do RMF na resistência a compressão dos compósitos é variável, o que está relacionado a diversos fatores, desde a granulometria do rejeito, teor de utilização até função do resíduo na mistura. De maneira geral, quando utilizado em substituição ao agregado em faixas próximas a 20%, percebe-se um ganho de resistência, que tende a diminuir em valores acima de 40% (GUODONG *et al.*, 2014; SHETTIMA *et al.*, 2016). Por outro lado, quando se utiliza os rejeitos em substituição ao aglomerante é observada uma tendência de queda na resistência e também dos valores ótimos da taxa de substituição (MAGALHÃES *et al.*, 2017; YUNHONG *et al.*, 2016). Han *et al.* (2017), destaca que devido às menores dimensões das partículas do RMF em relação ao cimento, estas podem preencher os poros da pasta de cimento endurecido, levando a um refinamento da microestrutura. Entretanto, o efeito *filler* do material não compensa a redução do teor de cimento nas composições. Em relação às adições, por se tratarem de estudos escassos, não foi possível estabelecer um comportamento, tendo em vista a variabilidade dos resultados apresentados nos trabalhos analisados. Para Aristimunho e Bertocini (2012), adições acima de 8% promovem uma queda de resistência mecânica, enquanto que para Castro (2018), adições de 40% podem alcançar resistências superiores à composição de referência.

Nos estudos de Carrasco *et al.* (2017) e Fontes *et al.* (2016), o comportamento na tração é o mesmo da compressão, devido ao aumento da coesão na mistura, efeito *filler* e possíveis reações pozolânicas ocorridas entre o hidróxido de cálcio existente no cimento e a sílica (SiO₂) dos agregados finos. Shettima *et al.* (2018) observou que, em geral, concretos contendo RMF em substituição parcial ou total da areia natural apresentam resistências à tração maiores que a composição controle, alcançando valores superiores à 4 MPa. Em

adição, o aumento dessa propriedade foi mais expressivo, pois as argamassas contendo o resíduo apresentaram uma matriz mais contínua, promovendo um melhor meio para a formação dos compostos responsáveis pelo ganho de resistência à compressão (FONTES *et al.*, 2016). Entretanto, nos estudos de Liu *et al.* (2012) e Zhao *et al.* (2014), onde houve redução dessa propriedade, outros fatores não destacados podem ter influenciado negativamente os resultados, como aumento do consumo de água, incorporação de vazios devido a presença dos resíduos, influência de aditivos na microestrutura.

Poucos autores analisaram o módulo de elasticidade dos compósitos. Shettima *et al.* (2016) observaram um aumento nesta propriedade para concretos, utilizando o RMF como agregado graúdo, atribuindo o resultado a melhor ligação entre os agregados e a pasta. Assim como Zhao *et al.* (2014), os autores destacam a textura e a forma dos grãos como propriedades importantes no comportamento dos compósitos, sendo isso responsável pela melhora na interface dos agregados com o cimento. Carrasco *et al.* (2017) obtiveram o resultado contrário em argamassas contendo partículas finas de RMF. Os resultados mostraram que o incremento de RMF ocasionou densificação das misturas, entretanto, houve uma redução no módulo de elasticidade. Devido à escassez de pesquisas desta propriedade não se pode concluir uma tendência de resultados.

A degradação do concreto ocorre principalmente pela percolação de substâncias líquidas ou dissolvidas na água. Portanto, a durabilidade do concreto está intimamente relacionada com a porosidade e permeabilidade. Alguns indicadores de durabilidade dos compósitos cimentícios como absorção de água, porosidade, retração hidráulica, resistência ao ataque de ácidos, sulfatos e carbonatação, estão discutidos a seguir. Fontes *et al.* (2016) ao analisarem as propriedades de absorção de água de argamassas de revestimento, observaram que os resultados foram superiores para as composições com substituição do agregado pelo RMF, devido ao elevado teor de finos do resíduo quando comparado ao agregado natural. Entretanto, ao substituir a cal pelo rejeito encontraram valores inferiores de absorção quando, devido à menor capacidade de absorção do RMF em comparação ao aglomerante. Em contrapartida, para Shettima *et al.* (2016), a substituição do agregado natural pelo rejeito promoveu redução da absorção de água em todos os teores. Os autores justificam o resultado pelo aumento no processo de hidratação e finura do RMF, que ocupava os macro e microporos na mistura. Quando utilizado como adição, a introdução do rejeito em argamassas estruturais desmonstrou uma tendência de redução no estudo de Castro (2018), mesmo em teores elevados de adição, sugerindo o efeito *filler* do material.

Em relação à porosidade, observa-se uma grande redução desta propriedade com a introdução do RMF, quando analisadas argamassas. Sendo este resultado justificado pela granulometria muito fina dos rejeitos, conseqüentemente, refinando microestrutura e melhorando o empacotamento dos grãos (CASTRO, 2018). No entanto, foram observados resultados com aumento da porosidade em estudo realizado em concreto de ultra-alto desempenho (ZHAO *et al.*, 2014), cujas adições de fibras e materiais pozolânicos podem ter influenciado de maneira significativa aumentando a estrutura porosa do material. O aumento da porosidade aberta também foi observado por Magalhães *et al.* (2017), com a substituição do cimento pelo rejeito em argamassas, que levou à uma estrutura menos compacta, com aumento da conectividade de poros.

A retração hidráulica foi avaliada por Shettima *et al.* (2016), Guodong *et al.* (2014), Xiaoxin *et al.* (2011) para a utilização do RMF como substituinte parcial do agregado. Em todos os casos, houve redução desta propriedade com a introdução do rejeito. Esse resultado é explicado pela maior massa específica e maior compactidade do concreto com o resíduo. Guodong *et al.* (2014), Xiaoxin *et al.* (2011) e Shettima *et al.* (2016) afirmam que isso se deve ao melhor empacotamento da matriz, promovendo estabilidade volumétrica, e pelo efeito *filler* e natureza dos poros das partículas do rejeito, que absorvem mais água e a liberam lentamente durante a hidratação do cimento.

Xiong *et al.* (2017) avaliaram a resistência ao ataque de sulfatos de pastas com a substituição de cimento por RMF e observou que a introdução do rejeito na mistura melhora essa propriedade, devido ao retardamento do ingresso de SO_4^{2-} externo e formação de sulfato de cálcio. Esse resultado também foi obtido em Magalhães *et al.* (2017) e Magalhães *et al.* (2018), cuja substituição do cimento por rejeito de minério de ferro levou a uma menor quantidade de produtos de hidratação suscetíveis à ataques de ácidos. A severidade do ataque é função da quantidade de composto de cimento hidratado disponível para a reação com o ácido sulfúrico e não da quantidade de ácido que penetra na argamassa e, portanto, é menos influenciada pela porosidade do material (MAGALHÃES *et al.*, 2018). Entretanto, para Shettima *et al.* (2016), a substituição do agregado natural por RMF promoveu redução da resistência ao ataque de sulfatos. Segundo os autores, a areia de rio fornece uma ligação de sílica mais forte no concreto que as ligações de alumina fornecidas pelo RMF, o que leva à tendência dos agregados naturais de resistirem melhor ao ataque de ácidos. Resultado similar foi obtido por Kuranchie *et al.* (2015), que pela avaliação do pH da solução de argamassa

moída e água destilada, concluiu que os concretos com RMF apresentaram baixo potencial de corrosão e ataque à ácidos.

A profundidade de carbonatação também foi avaliada por Shettima *et al.* (2016), cujos resultados indicaram que com o aumento do teor de RMF, há redução da carbonatação. Esse comportamento é atribuído pelos autores tanto à quantidade de poros compactados na matriz do concreto quanto à umidade relativa do ensaio, que pode não ter facilitado a entrada de CO₂. Além disso, segundo os autores, o tamanho das partículas do rejeito contribuíram para a redução da porosidade e diminuição da profundidade de carbonatação.

4 METODOLOGIA

O programa experimental foi dividido em cinco etapas: (i) preparação dos resíduos, (ii) caracterização dos materiais, (iii) produção dos microconcretos com e sem adição de RMF, (iv) análise das propriedades dos microconcretos no estado fresco e (v) no estado endurecido. Foram realizados ensaios conforme apresentado no fluxograma da Figura 4.1, utilizando laboratórios da Universidade Federal de Minas Gerais, Universidade Federal de Ouro Preto e do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.

Neste capítulo, são descritos os materiais, métodos e equipamentos utilizados para a realização de cada experimento, bem como as especificidades de análise das propriedades medidas por cada um, quando conveniente.

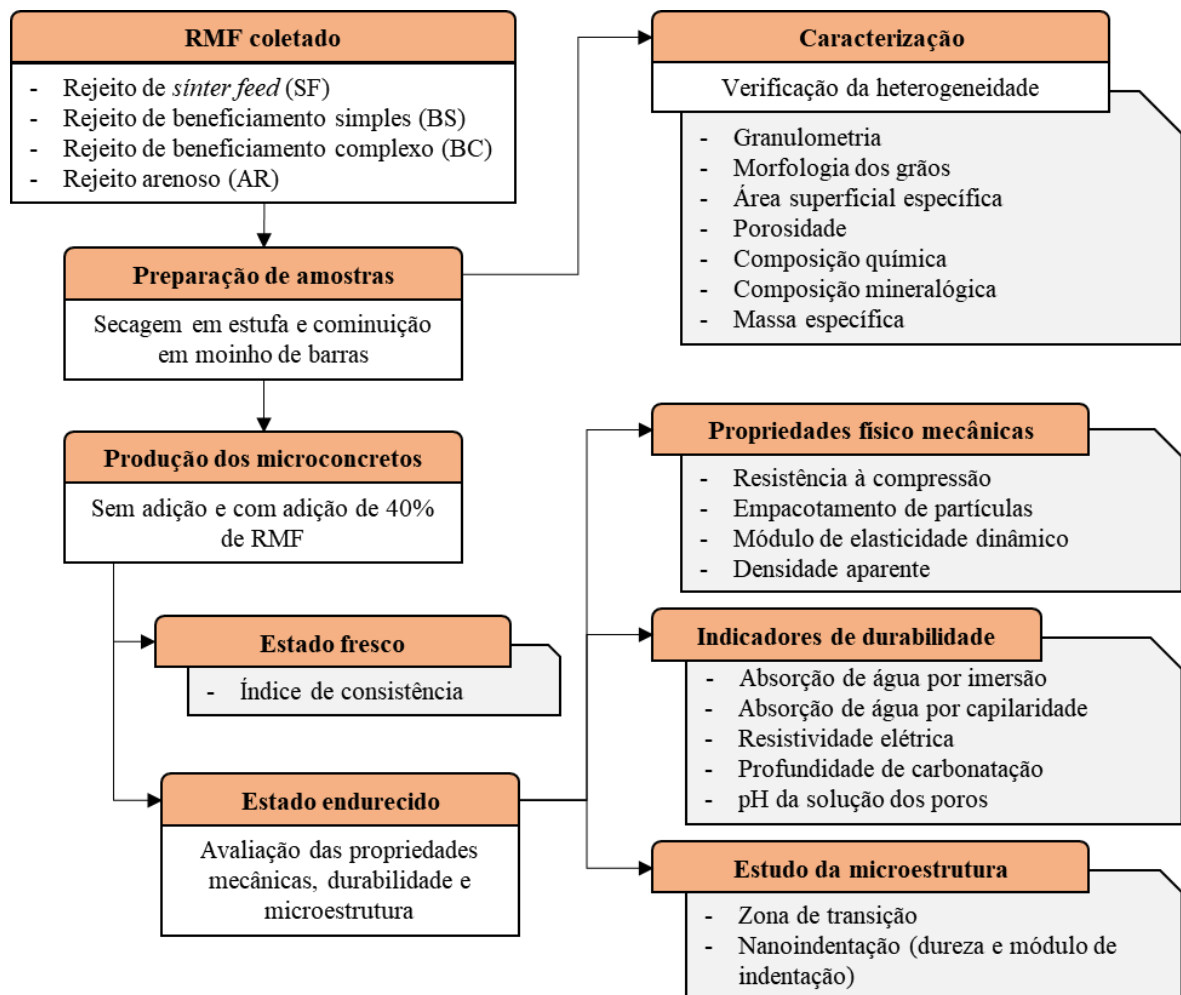


Figura 4.1 - Fluxograma do Programa Experimental.

4.1 Materiais

Nesta seção, são apresentados os materiais utilizados na pesquisa e descritos os processos de beneficiamento de minério de ferro e geração de rejeitos das minas cujos materiais foram coletados.

4.1.1 Aglomerante

Como material aglomerante foi utilizado somente cimento Portland CPI de classe 40, por não conter adições, permitindo uma melhor avaliação da influência da adição de RMF ao cimento. O cimento foi obtido em parceria com uma cimenteira e caracterizado conforme sua massa específica, granulometria, área superficial específica e composição química. A massa específica foi determinada pelo método de picnometria em gás hélio, com picnômetro Quantachrome SPY-3, obtendo-se como resultado 3,221 g/cm³. A distribuição granulométrica do cimento foi determinada por granulometria à laser, no granulômetro *Bettersize 2000 – Laser Particle Analyser*, cujos resultados são apresentados na Figura 4.2.

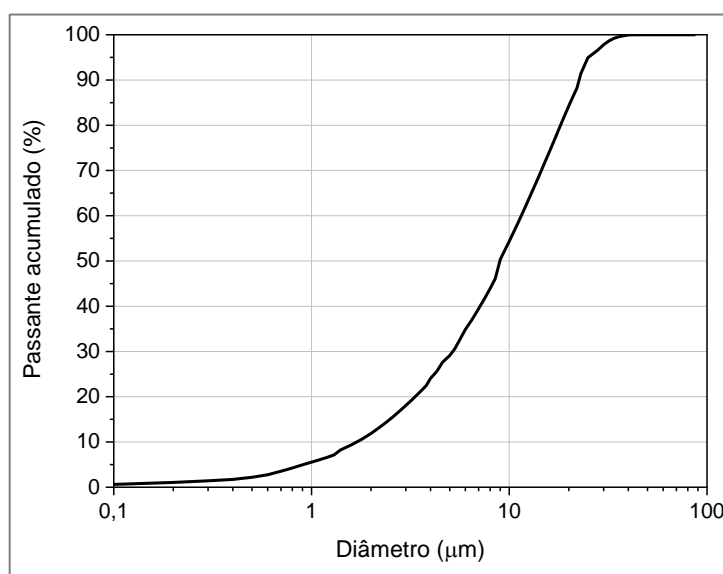


Figura 4.2 - Curva granulométrica do cimento CPI.

Para a análise da área superficial específica (ASE), utilizou-se a técnica de adsorção de gases, aplicando-se o método Brunauer, Emmett e Teller (BET), obtendo-se o valor de 0,926 g/m². A composição química, apresentada na Tabela 4.1, foi determinada pelo método

de fluorescência de raios-X (FRX), com fusão de tetraborato de lítio e perda ao fogo (LOI) por calcinação da amostra à 1000°C, pela empresa SGS Geosol, localizada em Vespasiano/MG.

Tabela 4.1 - Composição química do cimento CPI em %.

| Amostra | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | TiO ₂ | P ₂ O ₅ | Na ₂ O | K ₂ O | MnO | LOI |
|---------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|------|------|------------------|-------------------------------|-------------------|------------------|------|------|
| CPI | 19,9 | 4,34 | 2,38 | 63,3 | 2,68 | 0,23 | 0,18 | 0,17 | 0,98 | 0,05 | 2,29 |

4.1.2 Agregado

Os microconcretos foram confeccionados utilizando-se areia normal, fornecida pelo IPT, composta por quatro frações de areia (nº 16, nº 30, nº 50 e nº 100) igualmente proporcionadas, conforme Tabela 4.2. Essa areia é utilizada como material de referência para ensaios físico-mecânicos de cimento Portland, seja no controle de processo de produção dos fabricantes, seja pelos laboratórios de materiais de construção civil. Suas propriedades atendem à norma NBR 7214 (ABNT, 2015), que estabelece os critérios da areia normal para utilização para ensaios de cimento.

Tabela 4.2 - Frações da areia normal.

| Fração | Material retido entre as peneiras de abertura nominal |
|--------|---|
| 16 | 2,4 mm e 1,2 mm |
| 30 | 1,2 mm e 0,6 mm |
| 50 | 0,6 mm e 0,3 mm |
| 100 | 0,3 mm e 0,15 mm |

Fonte: NBR 7214 (ABNT, 2015)

4.1.3 Rejeitos de minério de ferro

Nesta pesquisa, utilizaram-se quatro tipos de RMF's gerados em diferentes processos de beneficiamento e de diferentes minas, cedidos para estudo pelas mineradoras. As coletas foram realizadas conforme as prescrições da norma NBR 10007 (ABNT, 2004), por funcionários das próprias empresas, entre os anos de 2016 e 2018. Os rejeitos utilizados foram classificados de acordo com o processo de beneficiamento utilizado na mineradora, sejam eles: um rejeito oriundo do processo de produção de *sinter feed* (SF), um rejeito

oriundo de processo de beneficiamento simples (BS), um rejeito oriundo de beneficiamento complexo (BC) e um rejeito arenoso (AR). Todas as minas estão situadas no estado de Minas Gerais, em cidades pertencentes ao Quadrilátero Ferrífero, tendo, portanto, o itabirito como principal tipo de minério de ferro beneficiado. A pedido das mineradoras, os nomes e localizações das minas foram omitidos.

Após a coleta, os materiais foram secos ao ar e armazenados em recipientes fechados no laboratório da UFMG. Para a utilização nesta pesquisa, os resíduos foram homogêneos, separadamente, secos em estufa à $100 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ e armazenados, com identificação, em recipientes hermeticamente fechados.

As etapas de beneficiamento do minério de ferro utilizadas em cada mina variam de processos rudimentares a mais complexos, o que pode alterar as propriedades dos rejeitos gerados. Portanto, foram coletadas informações sobre cada mina, com funcionários de cada empresa, a fim de se compreender melhor os fatores influenciadores. Baseado nessas informações, foram montados fluxogramas simplificados dos processos de beneficiamento de cada uma, conforme descrito nos itens a seguir.

4.1.3.1 Rejeito de Sínter Feed (SF)

Uma das mineradoras colaboradoras possui uma unidade com produção de *sínter feed* pelo processo ilustrado na Figura 4.3. Segundo a empresa, essa unidade gera cerca de $295 \text{ m}^3/\text{dia}$ de rejeitos durante a produção do *sínter feed*.

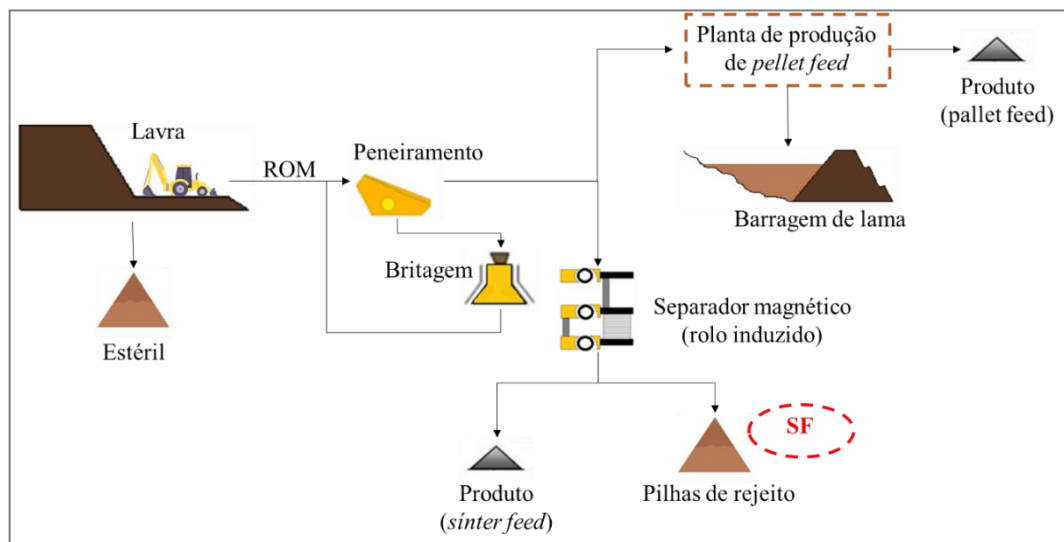


Figura 4.3 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito SF.

O processo de beneficiamento utilizado consiste em ciclos de britagem e peneiramento via seca, onde o material mais fino é direcionado à classificação via úmida, separando a fração fina ($\varnothing < 0,15 \text{ mm}$) para produção do *pellet feed*. O rejeito em forma de lama gerado nesta etapa é depositado diretamente nas barragens de rejeito. O minério de granulometria ($0,15 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 6,35 \text{ mm}$) é levado para separação magnética de rolo induzido, onde o teor de sílica é reduzido via seca. Após o processo, o material concentrado (*sínter feed*) é separado e o rejeito seco é estocado na forma de pilhas, de onde foi coletado. A coleta foi realizada de diferentes alturas nas pilhas, homogeneizando-se o material, a fim de se obter boa representatividade do rejeito gerado.

4.1.3.2 Rejeito oriundo de beneficiamento simples (BS)

O rejeito de beneficiamento simples foi coletado de uma mina cujo beneficiamento é rudimentar, consistindo apenas em circuito de britagem e peneiramento, com posterior lavagem do minério para remoção de finos (deslamagem). O minério beneficiado passa por um processo de classificação granulométrica, resultando no produto final comercializado. Esse tipo de beneficiamento, geralmente, é utilizado em minérios ricos, não sendo necessários mais processamentos para se obter um produto de características aceitáveis para a siderurgia. A lama gerada é depositada diretamente nas barragens, de onde o material foi coletado, conforme ilustrado no fluxograma da Figura 4.4. No processo, são produzidos: ferro granulado ($6,35 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 38,10 \text{ mm}$), hematitinha ($6,35 \text{ mm} \leq \varnothing \leq 9,52 \text{ mm}$) e sinter-feed ($\varnothing \leq 6,35 \text{ mm}$). Com esse processo, o rejeito gerado possui partículas com dimensões próximas às de areia, contendo também partículas finas.

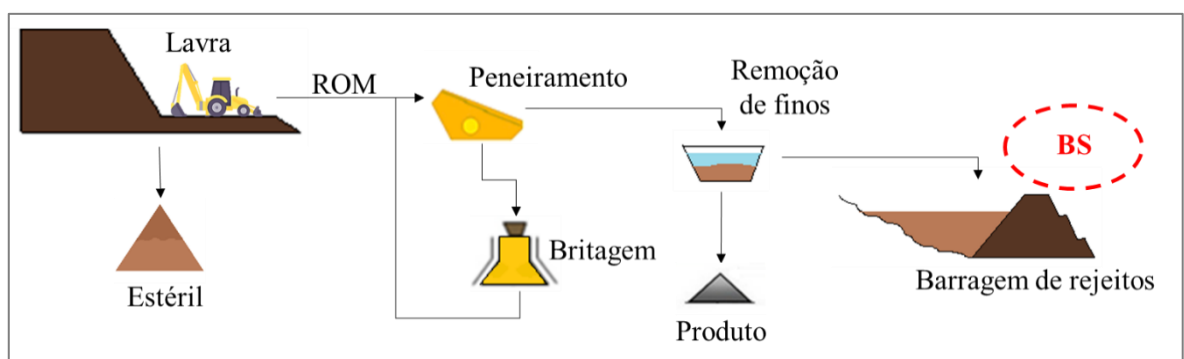


Figura 4.4 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito BS.

4.1.3.3 Rejeito oriundo de beneficiamento complexo (BC)

A mina cujo rejeito da barragem foi coletado apresenta em seu sistema, além dos processos de fracionamento e classificação, dois processos de concentração: flotação e separação magnética. Na Figura 4.5 é apresentado o esquema simplificado de beneficiamento e geração de resíduos utilizado pela mineradora. O minério bruto extraído da lavra passa, inicialmente, por um circuito de britagem em quatro fases e peneiramento. Em seguida, passa por um processo de moagem, para ajuste da granulometria para as etapas de concentração. As partículas finas são removidas na etapa de ciclonação e depositadas na barragem de rejeitos, enquanto o restante do minério segue para a concentração: flotação e separação magnética. Nem todo o minério passa por todos os processos de beneficiamento, dependendo do teor de óxidos de ferro nele contido, entretanto, os rejeitos gerados em cada etapa são juntamente depositados na mesma barragem.

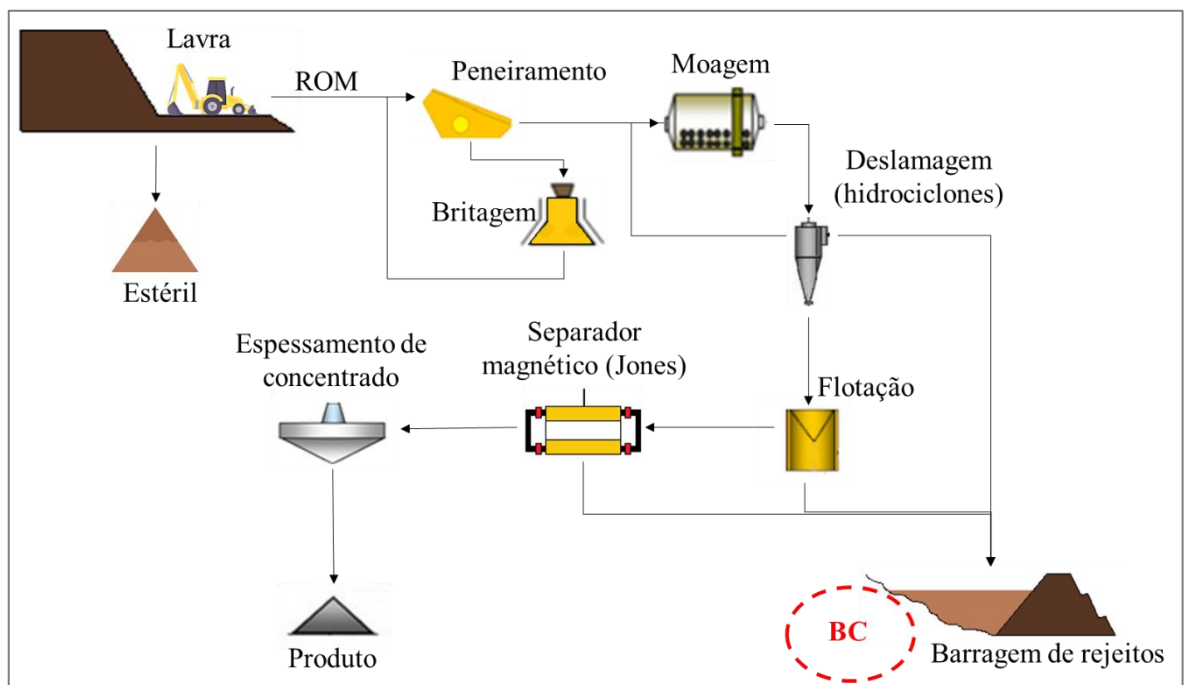


Figura 4.5 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito BC.

4.1.3.4 Rejeito Arenoso (AR)

A mina de onde o rejeito arenoso foi coletado possui processo de beneficiamento do minério de ferro completo, contendo as etapas de cominuição, separação gravimétrica,

concentração e desaguamento, conforme fluxograma da Figura 4.6. O minério extraído da lavra (ROM) passa, inicialmente, por um circuito fechado de peneiramento e britagem, de onde todo o minério sai com granulometria inferior à $\text{Ø}12,5$ mm. O material final é estocado em pilhas, garantindo a estabilidade da usina nos processos posteriores e, em seguida, segue para o processo de moagem primária e deslamagem. Na deslamagem, são retiradas da polpa as partículas menores que $\text{Ø}10 \mu\text{m}$ que, juntamente com a água, são enviadas para o espessador de lama, reduzindo o volume de água e, posteriormente, para a barragem de rejeitos. A polpa segue para a etapa de flotação convencional, onde ocorre a separação da sílica, ou quartzo, do ferro, com auxílio de dois reagentes: amina e amido. O material com concentração de sílica segue para o espessador de rejeito e, em seguida, para a barragem de rejeitos. O minério de ferro separado do quartzo é novamente moído em circuito fechado e separado da sílica e de outros minerais de ganga na flotação de coluna, obtendo-se o minério de ferro concentrado. O material estudado foi coletado do espessador de rejeitos, na forma de lama, após os processos de flotação e moagem secundária, portanto, consiste em partículas extremamente finas, nas frações silte e argila, com baixo teor de ferro.

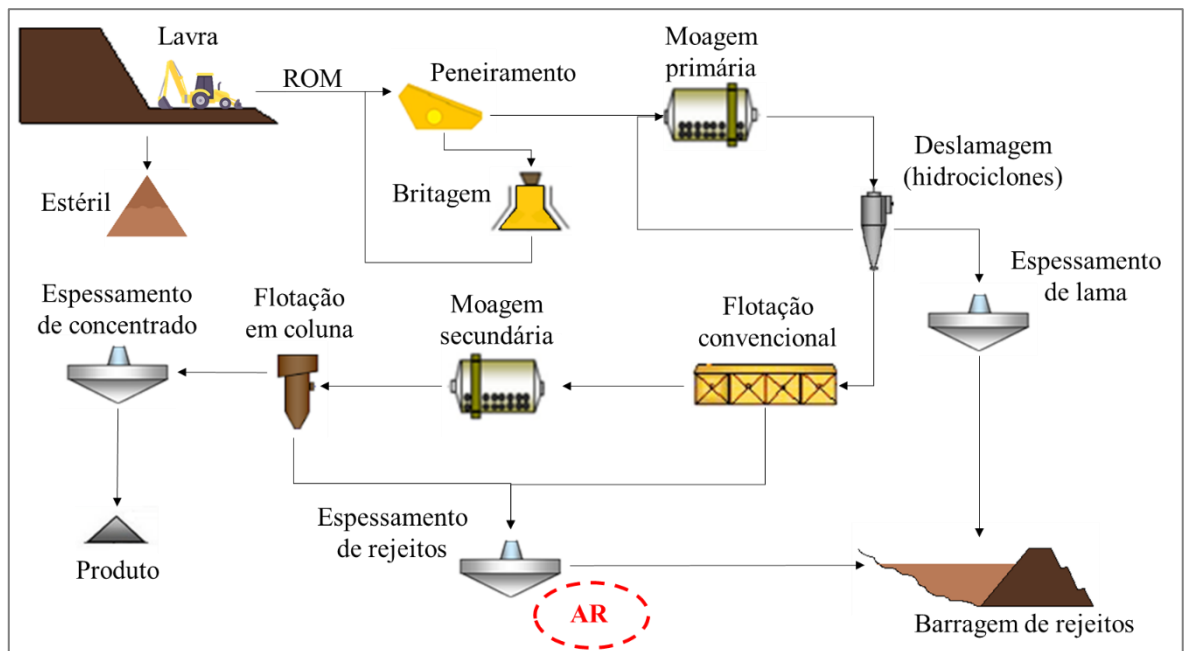


Figura 4.6 - Fluxograma simplificado do processo de beneficiamento para geração do rejeito AR.

4.2 Preparação das amostras

Após a secagem em estufa e, a partir das macro características do primeiro RMF avaliado (BS), observou-se que as dimensões das partículas se aproximavam da granulometria de areia, sendo, portanto, necessário um ajuste para a utilização como adição. Levando-se em conta as considerações de Castro (2018) acerca da eficiência de diferentes equipamentos e tempos de moagem para aquisição do material em granulometria adequada, definiu-se como procedimento neste trabalho, o mesmo utilizado pela autora.

O procedimento consistiu em moer cerca de 5 kg de RMF por vez, em moinho da PAVITEST – Contenco Indústria e Comércio LTDA, contendo 42 barras de aço de peso aproximado de 1,4 kg, por 15 minutos. O equipamento, pertencente ao Laboratório de Minas da UFMG, foi limpo e seco previamente ao uso, para evitar contaminação. Buscando não inserir mais uma variável para análise, foi adotado este procedimento para todas as amostras, sendo avaliadas as distribuições granulométricas de cada uma após a cominuição.

4.3 Caracterização dos rejeitos de minério de ferro

Após o processo de cominuição, as amostras foram caracterizadas quanto às suas características físicas, químicas e mineralógicas, conforme procedimentos descritos nos itens a seguir.

4.3.1 Caracterização química e mineralógica

A identificação dos elementos químicos presentes nas amostras de RMF foi determinada pela análise de fluorescência de raios-X, com fusão de tetraborato de lítio e perda ao fogo (LOI) por calcinação da amostra à 1000°C.

As fases minerais presentes nas amostras de RMF foram identificadas pelo método da difração de raios-X (DRX), com o equipamento *Philips PW 1710*, utilizando radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$, $V=50 \text{ kV}$), tensão de 50 kV e passo de 0,02°/s. Na identificação das fases e seus teores utilizou-se a base de dados do *Crystallography Open Database (COD)*, no software *HighScore Plus*.

4.3.2 Caracterização física

Buscando avaliar as propriedades físicas do cimento e dos RMFs, os materiais foram caracterizados segundo sua granulometria, morfologia das partículas, massa específica real, área superficial específica e porosidade. A composição granulométrica dos materiais foi inicialmente determinada por peneiramento à úmido, com 100 g de material, utilizando as peneiras de abertura 300 μm , 150 μm e 75 μm . O material retido foi seco em estufa à 100 ± 5 °C, por 72 horas, e pesado. A distribuição de tamanho de partículas da fração fina foi obtida pela técnica de difração de laser. Para isso, utilizou-se o granulômetro à laser *Beckman Coulter 2000 – Laser Particle Analyser*, com água como dispersante.

A forma e textura das partículas foi analisada por meio das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras em pó foram coladas em fita autoadesiva de carbono e metalizadas com ouro no equipamento *Quorum Q150R ES* e, em seguida, capturadas as imagens no equipamento *MEV-VEGA3* da Tescan, de emissão termiônica com filamento de tungstênio. O ensaio foi realizado em alto vácuo, com tensão de 20 kV. Buscando identificar os elementos presentes nas partículas dos materiais, também utilizou-se o espectrômetro de energia dispersiva (EDS) *INCA X-act da Oxford – Instruments* acoplado ao MEV, para fazer um mapeamento elementar dos materiais.

Para determinação da massa específica real dos materiais, adotou-se o método de picnometria em gás hélio, utilizando um picnômetro *Quantachrome SPY-3*. A área superficial específica e a porosidade dos materiais foram determinadas pelo método de adsorção gasosa. Para os materiais desta pesquisa, aplicou-se o modelo de Brunauer, Emmett e Teller (BET) para a ASE e o modelo *Non Local Density Functional Theory* (NLDFT) para a porosidade. O ensaio foi realizado utilizando o equipamento *Quantachrome NovaWin-Data Acquisition and Reduction, Nova Instruments*. Cada amostra analisada foi previamente aquecida sob vácuo à 150 °C por 48 h para limpeza da superfície e, em seguida, submetida ao processo de sorção de N₂ (g), com tolerância de pressão de 0,050/0,050 (adsorção/dessorção).

4.4 Produção dos microconcretos

Na moldagem dos microconcretos, foram utilizados os quatro tipos de RMF, separadamente, cimento, areia e água. Devido aos escassos estudos acerca da utilização do RMF como adição, o teor de utilização do resíduo nesta pesquisa foi baseado no trabalho de Castro (2018), uma vez que a autora apresentou resultados promissores e estudou as maiores taxas de adição. Castro (2018) avaliou as propriedades mecânicas e alguns indicadores de durabilidade de argamassas estruturais com adição de 0 a 40% de rejeito de minério de ferro. Os resultados da autora apontaram para um bom comportamento mecânico e fechamento de poros, causado pelo efeito *filler* do resíduo, mesmo para teores elevados de adição. Portanto, nesta pesquisa, buscando o aproveitamento máximo do resíduo, optou-se por estudar o teor de 40%, dando enfoque aos efeitos na durabilidade e microestrutura, em função das características do RMF.

Apesar do, relativamente, alto teor de adição, optou-se por não utilizar aditivo plastificante ou superplastificante para não inserir mais uma variável na pesquisa, além de se evitar a necessidade de um estudo de compatibilidade entre o aditivo e os rejeitos. Foram realizados testes iniciais, observando-se que as argamassas se mantêm plásticas com a utilização do fator água/cimento (a/c) de 0,50 e sem aditivos. Dessa forma, a trabalhabilidade foi uma das propriedades avaliadas dos microconcretos e o a/c foi mantido constante.

Foram produzidos cinco tipos de microconcretos: um de referência (sem adições) e quatro contendo adição de 40% de RMF, um para cada amostra coletada. Cada composição foi denominada de acordo com a amostra de rejeito e teor de adição: “REF” para referência, “SF40” para o rejeito de *sinter feed*, “BS40” para o rejeito oriundo do beneficiamento simples, “BC40” para o rejeito oriundo de beneficiamento complexo e “AR40” para o rejeito arenoso. Nos microconcretos com adição dos rejeitos utilizou-se a proporção em massa 1:0,4:3 (cimento: RMF: areia) e, no microconcreto de referência, a proporção 1:0:3, todos com fator água/cimento (a/c) de 0,50, conforme apresenta o consumo de materiais na Tabela 4.3. No consumo de materiais, para cada amostra de compósito, também é apresentada a variação do consumo de cimento por m^3 de microconcreto produzido (Δ), em relação à composição de referência.

Tabela 4.3 - Consumo de materiais.

| | Proporção (em massa) | Cimento (kg/m ³) | Δ | RMF (kg/m ³) | Areia (kg/m ³) | Água (kg/m ³) | Fator a/c | Fator a/finos |
|-------------|-------------------------|---------------------------------|----------|-----------------------------|-------------------------------|------------------------------|--------------|------------------|
| REF | 1:0:3 | 509,08 | - | - | 1527,25 | 254,54 | 0,50 | 0,50 |
| SF40 | 1:0,4:3 | 485,72 | 4,59% | 194,29 | 1457,17 | 242,86 | 0,50 | 0,36 |
| BS40 | 1:0,4:3 | 486,36 | 4,46% | 194,55 | 1459,09 | 243,18 | 0,50 | 0,36 |
| BC40 | 1:0,4:3 | 481,01 | 5,51% | 192,40 | 1443,03 | 240,51 | 0,50 | 0,36 |
| AR40 | 1:0,4:3 | 483,24 | 5,08% | 193,29 | 1449,71 | 241,62 | 0,50 | 0,36 |

Δ – variação do consumo de cimento em relação à composição de referência.

Foram moldados corpos de prova cilíndricos e prismáticos, de acordo com os procedimentos de cada ensaio. Para todos os corpos de prova, a moldagem foi realizada seguindo as prescrições de equipamento e tempo de mistura da norma NBR 7215 (ABNT, 2019). O adensamento foi realizado em mesa vibratória, sendo cessada a vibração ao se observar exsudação uniforme sobre cada camada. Para os corpos de prova cilíndricos de ($\varnothing 5 \times 10$ cm), utilizou-se o adensamento em três camadas, para os corpos de prova cilíndricos de ($\varnothing 10 \times 20$ cm), cinco camadas e para os corpos de prova prismáticos ($4 \times 4 \times 16$ cm), duas camadas. O aumento no número de camadas para os corpos de prova 10×20 cm foi necessário para garantir um melhor adensamento, devido à consistência seca das amostras. Os corpos de prova foram desmoldados dentro de $48h \pm 10$ h, identificados e curados em câmara úmida, com umidade acima de 90%, por 28 dias.

4.5 Propriedades no estado fresco

Para a avaliação das propriedades no estado fresco, os microconcretos foram produzidos e, logo em seguida, foram submetidos à análise de trabalhabilidade pelo índice de consistência. O índice de consistência é obtido pelo ensaio *Flow Table*, o qual é necessário moldar a argamassa em forma troncônica e verificar o seu espalhamento horizontal após aplicação de 30 golpes na mesa para índice de consistência, conforme NBR 13276 (ABNT, 2016). Além da consistência e plasticidade, o ensaio permite analisar a coesão dos materiais, que se refere às forças de atração física entre os materiais, identificando a ocorrência de segregação e/ou exsudação visualmente.

4.6 Propriedades no estado endurecido

No estado endurecido, foram avaliadas as propriedades mecânicas, alguns indicadores de durabilidade e propriedades da microestrutura, conforme descrito nos subitens a seguir. Buscando identificar se as diferenças entre as amostras são estatisticamente significativas, quando aplicável, foi realizada Análise de Variância (ANOVA), com fator único. Nesse teste, os valores são considerados iguais se o valor da estatística F calculado é inferior ao F-crítico. O valor de F-crítico é tabelado de acordo com o nível de significância da análise e os graus de liberdade de um conjunto amostral em uma distribuição F (MONTGOMERY E RUNGER, 2014). Os cálculos foram realizados pela análise de dados do *software* Excel, com nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$).

4.6.1 Resistência à compressão

Para a determinação da resistência à compressão simples, foram moldados três corpos de prova cilíndricos ($\text{Ø}5 \times 10$ cm) por amostra. Após a cura de 28 dias, os corpos de prova foram secos ao ar por cerca de 5h, capeados com enxofre e rompidos de acordo com as prescrições da norma NBR 5739 (ABNT, 2007). Utilizou-se a máquina universal de ensaios EMIC, modelo DL2000, com velocidade de carregamento de $(0,45 \pm 0,15)$ MPa/s. Os resultados de resistência à compressão foram obtidos através da Equação 4.1.

$$R_c = \frac{F_c}{S} \quad (4.1)$$

Onde: R_c = resistência à compressão axial (MPa)
 F_c = Carga máxima aplicada (N)
 S = área da seção transversal (mm^2)

Visando complementar a análise da resistência à compressão dos microconcretos, levou-se em conta a densidade de empacotamento de partículas. O empacotamento de partículas é um dos fatores de maior influência nas propriedades dos materiais compósitos e tem relação com a distribuição granulométrica e a morfologia das partículas (KWAN e MORA, 2001; Londero *et al.*, 2017). A densidade de empacotamento pode ser reduzida com a utilização de composições de partículas cujas frações finas sejam suficientes para preencher os espaços entre as partículas maiores, e de partículas de forma mais próxima à esférica, buscando melhor acomodação de umas em relação às outras (ALEXANDER e MINDESS, 2005; KWAN *et al.*, 2013). Existem diversos modelos de empacotamento, como

o modelo de Andreasen Modificado, proposto por Funk e Dinger (1994), cuja curva de empacotamento pode ser obtida pela equação 4.2. Ressalta-se que este modelo não considera a forma das partículas na determinação da curva granulométrica ideal, apenas seu diâmetro (LONDERO *et al.*, 2017).

$$P(D_i) (\%) = 100 \times \left(\frac{D^q - D_{\min}^q}{D_{\max}^q - D_{\min}^q} \right) \quad (4.2)$$

Onde: P(D_i) (%) = porcentagem volumétrica de partículas menores que o diâmetro D

D = diâmetro da partícula

D_{min} = diâmetro da menor partícula

D_{max} = diâmetro da maior partícula

q = coeficiente de distribuição.

O coeficiente de distribuição pode assumir diversos valores, resultando em variações nas curvas granulométricas obtidas. Entretanto, pela literatura, valores elevados ($q > 0,5$) são considerados para misturas de partículas mais grosseiras e pequenos valores do expoente ($q < 0,25$) são utilizados para composições ricas em partículas finas (HUSKEN E BROUWERS, 2008). Nesta pesquisa, utilizou-se o valor de $q = 0,30$, $D_{\max} = 2,4$ mm (dimensão máxima da areia) e $D_{\min} = 0,1$ (dimensão mínima dos rejeitos e do cimento, considerando limite de detecção do granulômetro). Para os cálculos e construção das curvas experimentais e do modelo de Andreasen Modificado, utilizou-se o *software* EMMA e a avaliação da proximidade entre as curvas foi realizada comparando os valores da soma residual dos quadrados (RSS) pelo Método dos Mínimos Quadrados (equação 4.3). Esse cálculo foi realizado utilizando o *software* Excel.

$$RSS = \sum_{i=1}^n [P(D_i) - P_{\text{mod}}(D_i)]^2 \quad (4.3)$$

Onde: RSS = soma residual dos quadrados

P(D_i) = fração de sólidos menores que o diâmetro D_i da mistura

P_{mod}(D_i) = fração de sólidos menores que o diâmetro D_i, do modelo de Andreasen, obtida pela eq. 4.2.

4.6.2 Módulo de elasticidade dinâmico

O módulo de elasticidade dinâmico foi determinado pelo método de frequência ressonante forçada no modo longitudinal, seguindo as recomendações da norma C215 (ASTM, 2008) e as considerações de LEE *et al.* (2015). Com o ensaio, a partir da frequência do modo fundamental da vibração longitudinal e as características geométricas e físicas do corpo de prova, é possível avaliar a rigidez do material de maneira não destrutiva.

O ensaio consiste em inserir o corpo de prova longitudinalmente entre dois terminais (gerador-receptor) e aplicar pulso ultrassônico, como ilustra a Figura 4.7. São aplicadas vibrações periódicas em frequências variadas, captando-se as amplitudes de vibração da amostra. A frequência ressonante é identificada pela amplitude máxima captada, quando a frequência aplicada se aproxima da frequência natural do material. Utilizando-se a Equação 4.4, desenvolvida por LEE *et al.* (2015) através de repetidos ensaios, considerando as dimensões e densidade do corpo de prova, além da frequência natural de vibração, obtém-se o módulo de elasticidade dinâmico do material.



Figura 4.7 - (a) Montagem do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico e (b) Equipamento Erudite MKII Ressonante Frequency Test System.

$$E_d = 5,093 \times \frac{L}{D^2} \times M \times F^2 \times 10^{-9} \quad (4.4)$$

Onde: E_d – módulo de elasticidade dinâmico (GPa)
 L – comprimento do corpo de prova (m)
 D – diâmetro do corpo de prova (m)
 F – frequência do modo fundamental da vibração longitudinal (Hz)
 M – massa (kg)

Para a execução do ensaio, foram moldados três corpos de prova cilíndricos ($\varnothing 10 \times 20$ cm) por amostra, realizando-se cinco leituras de frequência ressonante por corpo de prova, após 28 dias de cura. Utilizou-se para a aplicação do pulso ultrassônico e aferição da frequência ressonante o equipamento *Erudite MKII Ressonante Frequency Test System*. Aplicaram-se as frequências na faixa de 7.000 a 14.000 Hz, com tensão de 0,50 V.

4.6.3 Absorção de água e porosidade

Para avaliar a absorção de água, foram utilizados os métodos de absorção por capilaridade, que fornece a taxa de absorção capilar, e a absorção por imersão, que permite se obter o valor da absorção, massa específica seca e a porosidade aberta dos microconcretos.

Para a determinação da absorção de água por capilaridade, moldaram-se quatro corpos de prova ($\emptyset 5 \times 10$ cm) cm por amostra, executando-se os procedimentos descritos nas normas NBR 9779 (ABNT, 2012) e NBR 15259 (ABNT, 2005). Após 28 dias de cura, os corpos de prova foram secos em estufa à 100 ± 5 °C por 24h e, após período para resfriamento, foram pesados em balança de precisão de 0,001 g. Em seguida, os corpos de prova ficaram expostos a apenas uma lâmina de água de 5 ± 1 mm de altura da face inferior, sendo pesados em tempos determinados até 72h. A partir dos dados, constroem-se as curvas de absorção ao longo do tempo e calcula-se a absorção de água e coeficiente de capilaridade, conforme Equações 4.5 e 4.6, respectivamente.

$$A_c = \frac{A-B}{S} \quad (4.5)$$

$$C = m_{90} - m_{10} \quad (4.6)$$

Onde: A_c = absorção de água por capilaridade (g/cm^2)
 C = coeficiente de capilaridade ($\text{g}/\text{dm}^2 \text{ min}^{1/2}$)
 A = massa do corpo de prova em cada tempo (g)
 B = massa do corpo de prova seco (g)
 S = área da seção transversal (cm^2)
 m_{10} = massa do corpo de prova após 10 minutos (g)
 m_{90} = massa do corpo de prova após 90 minutos (g)

A absorção por imersão foi determinada de acordo com a norma NBR 9778 (ABNT, 2005), moldando-se três corpos de prova cilíndricos de ($\emptyset 5 \times 10$ cm) por amostra. Da mesma maneira que no ensaio de absorção por capilaridade, os corpos de prova foram previamente secos e pesados. Em seguida, estes permaneceram imersos em água à temperatura ambiente por 72 h, mais 5 h em água fervente, garantindo-se o máximo de saturação. Posteriormente, anotou-se a massa final dos corpos de prova em condição saturada com superfície seca e submersa, em balança hidrostática de precisão de 0,001 g. A absorção por imersão e a porosidade aberta podem ser obtidas conforme as Equações 4.7 e 4.8, respectivamente. A massa específica da amostra seca, segundo a norma NBR 9778 (ABNT, 2005), é obtida pela Equação 4.9.

$$A_i = \frac{M_{SSS} - M_{seco}}{M_{seco}} \times 100 \quad (4.7)$$

$$P_a = \frac{M_{SSS} - M_{seco}}{M_{SSS} - M_i} \times 100 \quad (4.8)$$

$$\rho_s = \frac{M_{seco}}{M_{SSS} - M_i} \quad (4.9)$$

Onde: A_i = absorção por imersão (%)

P_a = porosidade aberta (%)

M_{seco} = massa do corpo de prova seco (g)

M_{SSS} = massa do corpo de prova saturado com superfície seca (g)

M_i = massa do corpo de prova imerso em água (g)

ρ_s = massa específica seca (g/cm^3)

Apesar do microconcreto ser um compósito formado por diferentes produtos hidratados, para o cálculo da porosidade total, o material é considerado como homogêneo e sua massa específica leva em conta a massa específica dos materiais secos, antes do processo de hidratação. A massa específica teórica do microconcreto no estado endurecido pode ser calculada pela média ponderada da massa específica dos materiais, conforme equações a Equação 4.10 e 4.11. Nesse caso, a água não é considerada na equação pois, após os processos de hidratação, parte desta evapora ou é consumida na reação de hidratação. Além disso, a massa específica dos produtos hidratados do cimento é considerada a mesma do cimento não hidratado.

$$\rho_{teórica} = f_c \times \gamma_c + f_a \times \gamma_a + f_b \times \gamma_b \quad (4.10)$$

$$f_i = \frac{i}{1+a+b} \quad (4.11)$$

Onde: f_i = fração mássica do material, com $i = 1$ para cimento, $i = a$ para agregado, $i = b$ para adição

$\rho_{teórica}$ = massa específica teórica (g/cm^3)

a = proporção de agregado miúdo em relação à massa de cimento

b = proporção da adição mineral em relação à massa de cimento

γ_c = massa específica do cimento (g/cm^3)

γ_a = massa específica do agregado miúdo (g/cm^3)

γ_b = massa específica da adição mineral (g/cm^3)

De posse dos resultados do ensaio de absorção por imersão, a massa específica teórica e utilizando o Teorema de Arquimedes, obtém-se a porosidade total dos microconcretos por meio da Equação 4.12. Destaca-se como limitação do método, no entanto, que o cálculo pode superestimar a porosidade total devido à não consideração da quantidade de água na mistura para a determinação de $\rho_{teórica}$.

$$P_t = \left[1 - \left(\frac{M_{seco}}{\rho_{teórica} \times (M_{SSS} - M_i)} \right) \right] \times 100 \quad (4.12)$$

Onde: P_t = porosidade total (%)

M_{seco} = massa do corpo de prova seco (g)

M_{sss} = massa do corpo de prova saturado com superfície seca (g)

M_i = massa do corpo de prova imerso em água (g)

$\rho_{\text{teórica}}$ = massa específica teórica (g/cm^3)

Adicionalmente, com o objetivo de visualizar a distribuição espacial, dimensão e forma dos poros nas amostras, um corte transversal à meia altura dos corpos de prova foi realizado. Utilizou-se uma caneta pincel preta de ponta larga para destacar os poros nos microconcretos e, em seguida, retiraram-se fotos com lupa ótica. As imagens foram tratadas no *software* ImageJ, alteradas para escala de cinza (8-bit), o que permitiu a construção do histograma de porosidade. Essa distribuição de poros foi realizada com o diâmetro de Ferret, calculado pelo programa, que considera o diâmetro de uma circunferência com a mesma área do poro identificado. Destaca-se que, pela limitação da escala das imagens (em milímetros) e do próprio *software*, somente macroporos podem ser identificados. Esse processo de análise de porosidade foi realizado da mesma forma para imagens de MEV dos microconcretos, buscando a visualização de poros de menores dimensões. Para a distribuição discreta dos poros nas imagens de MEV, as fissuras foram apagadas, de forma a evitar uma consideração errada pelo método do diâmetro de Ferret. Ressalta-se ainda que somente poros iguais ou maiores que 1 pixel na imagem podem ser identificados e o resultado é sensível ao tratamento dado em relação ao contraste e nitidez da imagem.

4.6.4 Resistividade elétrica

Pasta de cimento, argamassa e concreto são meios eletricamente condutivos, classificados de sub-isolador a semicondutor (WHITING E NAGI, 2003). A resistividade elétrica é a medida de resistência à passagem de corrente elétrica (MENDES *et al.*, 2018), variando de acordo com sua composição, condições e maturidade (MEDEIROS JUNIOR E LIMA, 2016; RAMEZANIANPOUR *et al.*, 2011; SALEEM *et al.*, 1996; HAMMOND E ROBSON, 1955) e pode ser um importante parâmetro de avaliação de corrosão do aço no concreto (HORNBOSTEL *et al.*, 2013). Estudos indicam que a medição da resistividade elétrica poderia servir como uma alternativa rápida e econômica para avaliar a resistência do concreto à penetração de cloretos, sendo um ensaio de natureza não destrutiva (KESSLER *et al.*, 2005; SHI *et al.*, 2004). Além disso, quando aferida em uma condição saturada do concreto, pode ser uma medida indireta de conectividade de poros do material e ser associada

com a susceptibilidade do ingresso de agentes agressivos (ANDRADE E D'ANDREA, 2010; MENDES *et al.*, 2018)

Para o ensaio, foram moldados três corpos de prova cilíndricos de (Ø10x20 cm) por amostra que, após os 28 dias de cura, ficaram imersos em água por 24 horas, para saturação. Na realização do ensaio seguiram-se os procedimentos da norma NBR 9204 (ABNT, 2012), montando-se um sistema de circuito em série formado por duas resistências elétricas: uma do equipamento e a resistência do próprio corpo de prova, conforme apresentado na Figura 4.8. O circuito é fechado no corpo de prova, colocando-o entre duas placas de cobre com palhas de aço úmidas nas superfícies de contato entre eles, garantindo a passagem da corrente elétrica. São conhecidas a tensão total do circuito, a resistência do equipamento e a tensão na resistência do equipamento.



Figura 4.8 - Montagem do sistema para realização do ensaio de resistividade elétrica

Foram realizadas leituras da corrente elétrica contínua, aplicada através de diferença de potencial entre dois eletrodos localizados nas superfícies de base e topo dos corpos de prova. Para isso, utilizou-se o equipamento Gerador de Função Digital FG-8102 da Politem, que gera uma diferença de potencial de aproximadamente 8V. Como a corrente que passa no corpo de prova é a mesma que passa no equipamento, é possível obter a resistência do corpo de prova e, considerando a geometria do material e a Lei de Ohm, obtém-se a resistividade segundo a Equação 4.13.

$$\rho = R \times \frac{A}{L} = \frac{V \times A}{L \times I} \quad (4.13)$$

Onde: ρ = resistividade elétrica (Ωm)
 R = resistência elétrica (Ω)

I = corrente (A)
 V = diferença de potencial (V)
 L = Comprimento do corpo de prova (m)
 A = área da seção transversal (m²)

4.6.5 Estudo da carbonatação acelerada

O estudo da carbonatação se deu a partir da avaliação de dois fatores: a profundidade de carbonatação e o pH da solução dos poros. Considerando a alteração de pH do compósito durante o processo de carbonatação, para avaliar a profundidade de carbonatação dos microconcretos, foi utilizado o método da solução indicadora à base de fenolftaleína (concentração de 1%), aspergida na superfície interna dos corpos de prova carbonatados. Para esse ensaio, foram moldados dois corpos de prova prismáticos (4x4x16 cm) por amostra, conforme procedimento de moldagem e cura descritos anteriormente, executando-se o ensaio baseado nas recomendações apresentadas pela RILEM CPC-18 e ISO 1920-12.

Após a cura, os corpos de prova foram transferidos para ambiente de laboratório, com condições de 27 ± 2 °C e umidade relativa entre 50 e 70%, por 5 dias, para equilíbrio de temperatura e umidade. Em seguida, as faces superior, inferior e as duas verticais de seção (4x4 cm) foram seladas com parafina, para evitar o ingresso de CO₂ e permitir que a carbonatação ocorra somente nas duas faces longitudinais expostas, como ilustra a Figura 4.9.

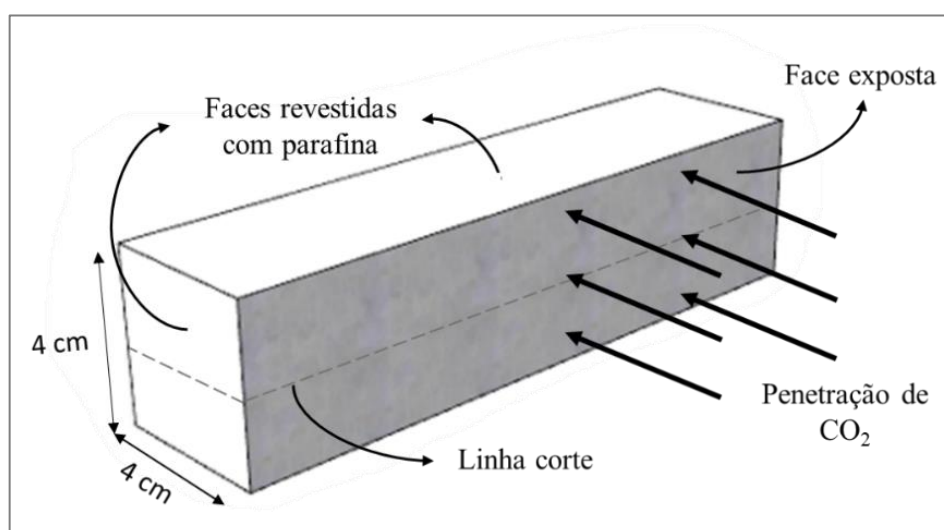


Figura 4.9 - Esquema de preparação do corpo de prova para ensaio em câmara de carbonatação.

Nestas condições, os corpos de prova foram mantidos em câmara de carbonatação acelerada, com 5% de concentração de CO₂, em temperatura de 27 ± 2 °C e umidade de 65 ± 5 % constantes, por 85 dias. Segundo o estudo de Sanjuán, Andrade, & Cheyrezy (2003), que encontraram uma relação linear entre a carbonatação natural e a acelerada, em condições similares à desta pesquisa, 6 dias na câmara equivalem a 1 ano de carbonatação natural. Dessa forma, esta pesquisa avalia a carbonatação após cerca de 14 anos de exposição natural. Após o período, as amostras foram rompidas longitudinalmente, sendo aspergida a solução de fenolftaleína na superfície interna de uma das duas partes de cada corpo de prova. A profundidade de carbonatação foi determinada pela média de 10 medidas da região incolor da superfície, com paquímetro digital, em cada seção rompida.

Estudos indicam que o início da perda de alcalinidade que pode comprometer as armaduras pode ocorrer a partir de valores de pH em torno de 11,8 (NEVILLE, 1997; RIBEIRO *et al.*, 2014). Em geral, a carbonatação é avaliada somente pelo método da solução indicadora de fenolftaleína, por ser uma técnica simples e de baixo custo. No entanto, segundo McPolin *et al.* (2009), a fenolftaleína indica o pH na região de 8,4 a 9,8, sem ser um método preciso de medida da propriedade. Portanto, o estudo da solução dos poros é fundamental para as questões da durabilidade do compósito.

Um dos métodos para se avaliar o pH da solução dos poros de concretos endurecidos é a lixiviação *ex situ*, ou método do pó em suspensão, consistindo em dispersar uma quantidade de pó do concreto em água, avaliando-se o pH da suspensão filtrada. Levando-se em conta as considerações do estudo de Pires (2016) a respeito das diferenças nas técnicas de avaliação do pH da solução dos poros de concretos, adotou-se, nesta pesquisa, o método do pó em suspensão, com proporção água/sólidos de 20:1. Com os corpos de prova do ensaio de carbonatação acelerada, após o período na câmara com CO₂, foram separadas as partes rompidas (sem solução de fenolftaleína), extraíndo-se destas o material em pó, com auxílio de uma furadeira. Inicialmente, limpou-se as superfícies com pincel e, em seguida, foram feitos furos longitudinalmente alinhados com cerca de 3 mm de profundidade e 5 mm de diâmetro, até aquisição de cerca de 5 g de material. A extração do pó foi realizada de duas regiões internas, uma intermediária (RII), à 1 cm da borda, e uma central (RIC), à 2 cm da borda, e de uma região externa (RE), conforme ilustra a Figura 4.10.

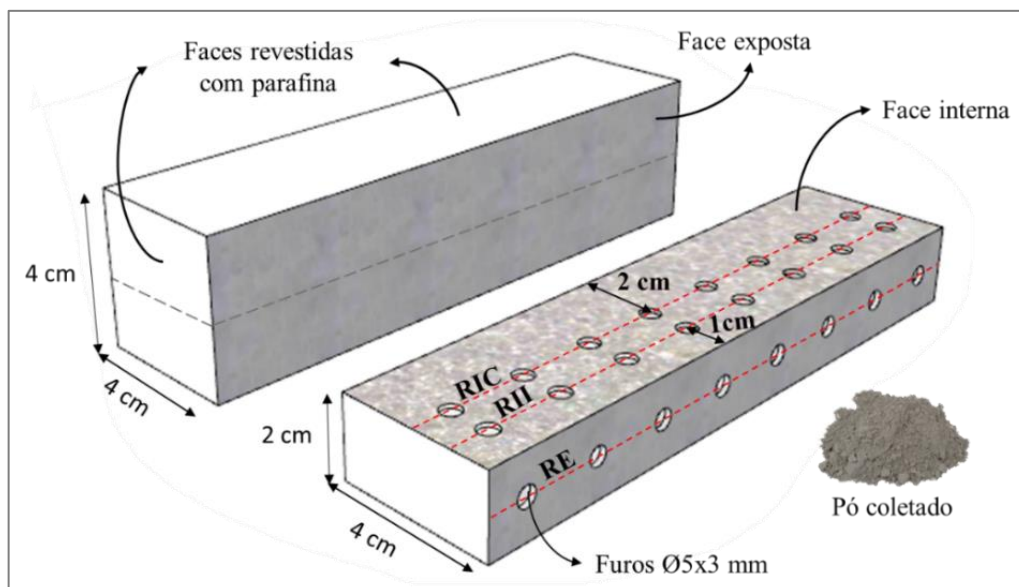


Figura 4.10 - Esquema da localização das regiões do corpo de prova de onde o pó foi extraído.

O pó gerado no processo foi cuidadosamente removido com auxílio de um pincel e imediatamente armazenado em recipientes hermeticamente fechados. Posteriormente, misturou-se $(2,500 \pm 0,005)$ g do pó de cada região e de cada amostra, separadamente, em 50 ml de água deionizada. As suspensões foram homogeneizadas em agitador magnético, mantendo-se a agitação por 24 h, com os recipientes fechados com papel filme. Após esse período, estas foram filtradas à pressão ambiente e o pH aferido no pHmetro BioVera PB18000. A leitura da propriedade foi realizada em temperatura de 25 °C e o pHmetro foi previamente calibrado com soluções padrão. Buscando comparar o efeito do tempo na câmara de carbonatação, também foi moldado um corpo de prova de mesmas dimensões, realizando-se o procedimento descrito após o período de 28 dias de cura úmida e acondicionamento em ambiente de laboratório.

4.6.6 Propriedades microestruturais

Para o ensaio moldou-se um corpo de prova cilíndrico ($\text{Ø}5 \times 10$ cm) por amostra, nas mesmas condições de adensamento daqueles utilizados no ensaio de absorção, objetivando o mínimo de influências porosidade dos microconcretos comparados. Após a cura, os corpos de prova foram cortados em serra de disco diamantado, extraindo-se, da região interna uma amostra de dimensões aproximadamente $(1 \times 1 \times 1)$ cm, como ilustrado na Figura 4.11.

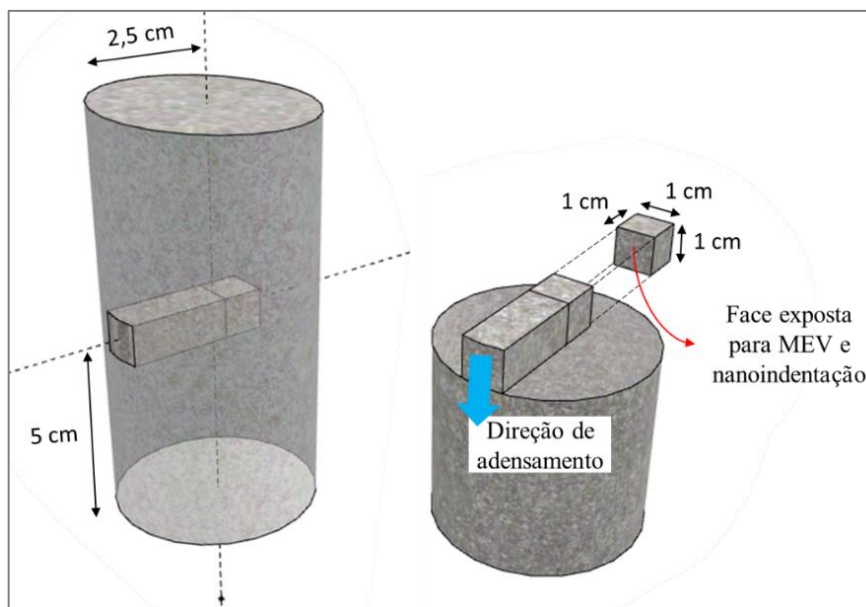


Figura 4.11 - Localização da amostra extraída da região interna do corpo de prova para análise das propriedades microestruturais.

Ao final da etapa de lixamento, as amostras foram submetidas a banho de ultrassom, imersas em álcool isopropílico, por 60 minutos. Com as amostras limpas, prosseguiu-se para a etapa seguinte. No polimento, foram utilizados panos de polimento metalográfico e pastas de diamante, de granulometrias $9\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$, consecutivamente. Para cada granulometria, utilizou-se um pano e, nas duas primeiras granulometrias, as amostras foram mantidas em uma posição fixa, girando-se em 90° ao trocar de pano. Na última pasta de diamante ($1\ \mu\text{m}$), as amostras foram giradas no sentido de rotação inverso ao da politriz, garantindo um acabamento de polimento. A cada troca de pano, as amostras foram limpas no ultrassom, imersas em álcool isopropílico, por 15 minutos e, ao final do polimento, por 60 minutos.

Após a preparação, submetem-se as amostras ao ensaio de nanoindentação, realizado no microscópio de força atômica e Nanoindentador *Asylum Research MFP – 3D – SA*, com indentador vertical do tipo *Berkovitch* de diamante. Em uma malha de 6×6 pontos, espaçados verticalmente e horizontalmente de $10\ \mu\text{m}$, foi aplicada uma carga de $2\ \text{mN}$, com a taxa de carregamento de $0,2\ \text{mN/s}$. A carga máxima foi mantida por 5 segundos e, em seguida, removida à mesma taxa. A Figura 4.12 ilustra uma curva de carregamento \times profundidade ($P \times h$) típica, gerada no ensaio. Dois parâmetros mecânicos (Módulo de indentação e Dureza) podem ser simultaneamente obtidos a partir da inclinação inicial da

curva P_{xh} (PHARR E BOLSHAKOV, 2002). O módulo de indentação M e a Dureza H do material podem ser calculados pelas equações 4.14 e 4.15, respectivamente.

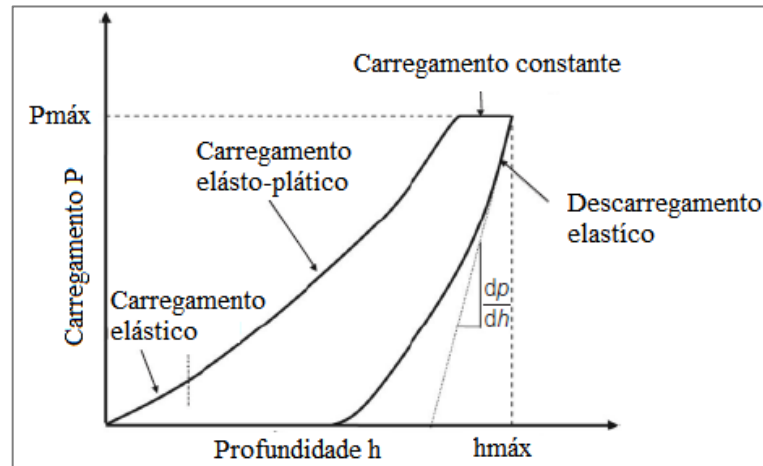


Figura 4.12 - Curva P_{xh} típica do ensaio de nanoindentação.

Fonte: Adaptado de Hu *et al.* (2013)

$$M = \frac{1}{2} \times \left(\frac{dp}{dh} \left(\frac{\pi}{A} \right)^{1/2} \right) |_{h = h_{máx}} \quad (4.14)$$

$$H = \left(\frac{p}{A} \right) |_{h = h_{máx}} \quad (4.15)$$

Onde p é o carregamento, h a profundidade de indentação, h_{máx} a profundidade máxima de indentação, A a área de contato projetada, calculada conforme método de Oliver Pharr (1992). As curvas irregulares devido à presença de poros ou fissuras da amostra foram desprezadas nas análises.

Após as análises mecânicas da nanoindentação, as argamassas foram analisadas quanto a microestrutura da matriz e da zona de transição. Análises microestruturais de compósitos cimentícios podem ser realizadas por meio de imagens obtidas por elétrons retroespalhados no MEV. Segundo Scrivener (2004), a intensidade do sinal dos elétrons retroespalhados, observada na imagem como brilho, é função no número atômico médio do local da amostra: quanto maior o brilho, maior esse valor. E os compostos hidratados possuem um número atômico médio muito menor do que os materiais anidros, existindo, assim, uma diferença discernível de contraste entre essas fases. Dessa forma, é possível separar as fases hidratadas por segmentação binária, baseada nos tons de cinza da imagem, como ilustra a Figura 4.13.

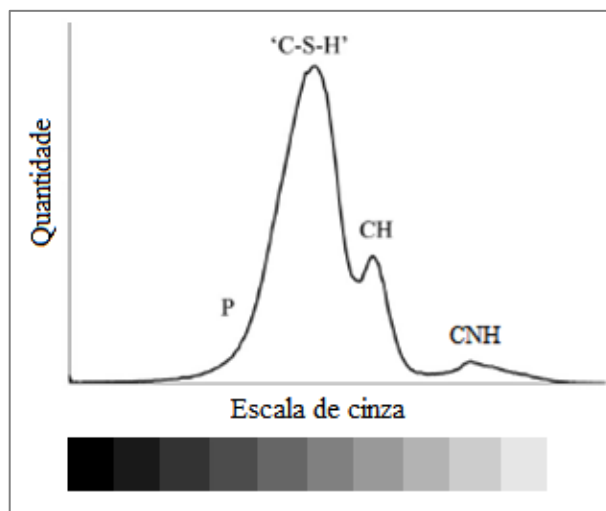


Figura 4.13 - Configuração típica da definição de fases presentes na pasta de cimento a partir da escala de cinza de uma imagem de MEV.

Fonte: Adaptado de Hu *et al.* (2016).

Na pasta de cimento, os compostos hidratados mais importantes são a portlandita (CH) e o silicato de cálcio hidratado (gel C-S-H), sendo a portlandita o composto de maior brilho entre os compostos hidratados. De acordo com Scriviner (2004), a fase anidra do cimento aparece como a mais brilhante na imagem, a portlandita se apresenta em tons claros de cinza, as outras fases hidratadas são visíveis em vários tons de cinza escuro e os poros são vistos como os pontos pretos. A diferenciação entre os compostos hidratados (gel C-S-H, etringita, AFm etc) baseado somente na escala de cinza não é possível. A identificação dos poros (P) e das partículas de cimento não hidratadas (CNH) é relativamente fácil, contudo, a separação entre CH e C-S-H é menos precisa (DIAMOND, 2001). As partículas de rejeito de minério de ferro foram identificadas de acordo com a morfologia e análise prévia de mapeamento químico (MEV EDS).

Além da matriz cimentícia, a região de interface desta com o agregado (zona de transição interna - ZTI) também se destaca, por ser considerada a região mais fraca no concreto (HUSSIN & POOLE, 2011). A microestrutura na ZTI apresenta características físicas e mecânicas diferentes das encontradas na matriz, como por exemplo, maior quantidade e maior tamanho dos cristais de CH e de etringita, orientação preferencial dos cristais de CH e a maior porosidade da interface (SCRIVENER & PRATT, 1984). Na região densa da matriz, onde o gel C-S-H é o composto mais importante, diferentes relações Ca/Si podem ser encontradas (BLACK *et al.*, 2003; PELISSER *et al.*, 2012). Contudo, se o compósito contém materiais cimentícios suplementares, a relação Ca/Si é reduzida

drasticamente, em alguns casos para valores inferiores à 1 (RICHARDSON, 1999), devido à composição rica em silício desses materiais e à formação de maior quantidade de gel C-S-H durante as reações pozolânicas. Assim, a ZTI tende a ser uma região com maior teor de cálcio que a matriz densa. A literatura também apresenta que a porosidade na ZTI é, aproximadamente, 1,2-2,5 maior que na matriz da pasta cimentícia e a espessura da zona de transição para concretos ocorre de 10-50 μm , embora valores entre 10 μm e 20 μm sejam recorrentes (BOURDETTE *et al.* 1995; LIAO *et al.*, 2004; SCRIVENER, 2004).

Neste trabalho, para a avaliação da microestrutura e da zona de transição dos microconcretos, as amostras foram recobertas com 15 nm de carbono e levadas para análise no MEV - FEI Quanta 3D. As imagens foram realizadas utilizando feixe de elétrons retroespalhados, com tensão de 20 kV e distância de trabalho de 10 mm. Foi analisada a distribuição das fases na matriz, utilizando o *software* ImageJ para segmentação binária, e realizado um mapeamento químico com detector EDS, para avaliar a distribuição dos elementos nas amostras e auxiliar a identificação das fases. Para estimar a espessura da zona de transição realizou-se escaneamento em linha por EDS, visando a identificação da variação do teor de cálcio e silício de uma região contendo agregado e matriz cimentícia. Além disso, estudou-se a variação da porosidade e de CH de sucessivos segmentos (de 5 μm de espessura) na interface pasta-agregado, utilizando o *software* ImageJ, com perfil de porosidade da ZTI traçado para 0 a 40 μm de distância a partir do agregado, no sentido da pasta, como ilustra a Figura 4.14.

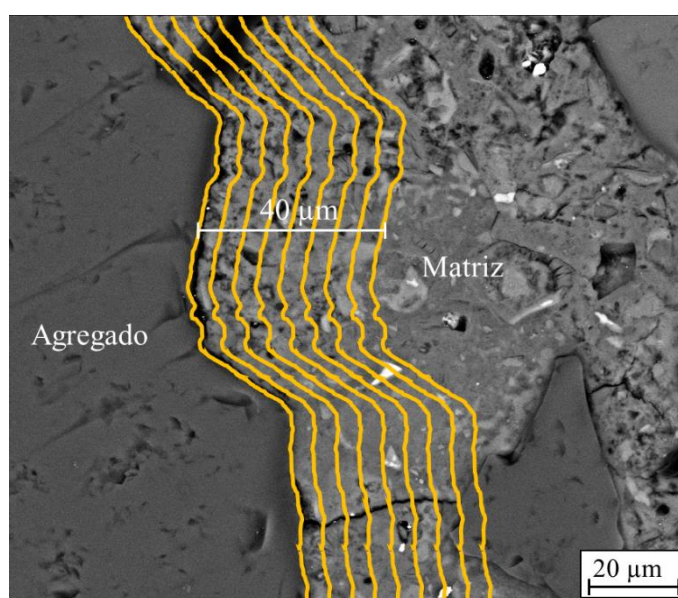


Figura 4.14 - Esquema de segmentação da ZTI.

5 RESULTADOS

Neste capítulo, apresentam-se os resultados de caracterização dos rejeitos de minério de ferro e propriedades dos microconcretos no estado fresco e endurecido.

5.1 Caracterização

5.1.1 Composição química e mineralógica

A análise química dos rejeitos e do cimento é mostrada na Tabela 5.1. Os resultados indicam que os rejeitos possuem como principais componentes o ferro e o silício. Entre as amostras de RMF, o teor de ferro na forma de Fe_2O_3 varia entre 17,31% (AR) e 71,09% (SF) e o teor de sílica entre 14,30% (SF) e 79,14% (AR), o que mostra a heterogeneidade entre as amostras. Comparando o RMF desta pesquisa com o de outros estudos brasileiros, observa-se que a composição é similar, com teores de óxidos de ferro superiores a 40% (BEZERRA, 2017; FONTES *et al.*, 2016; MAGALHÃES *et al.*, 2018). Para RMF oriundo de minérios chineses, são encontrados teores de ferro em torno de 10% (HAN *et al.*, 2017; LUO *et al.*, 2016; ZHAO *et al.*, 2014).

Tabela 5.1 - Composição química dos materiais.

| | Fe_2O_3 | SiO_2 | Al_2O_3 | CaO | MgO | TiO_2 | P_2O_5 | Na_2O | K_2O | MnO | SO_3 | LOI |
|------------|-------------------------|----------------|-------------------------|--------------|--------------|----------------|------------------------|-----------------------|----------------------|--------------|---------------|------|
| SF | 71,09 | 14,30 | 6,88 | 0,13 | <0,1 | <0,01 | 0,49 | <0,1 | 0,02 | 0,29 | 0,08 | 6,39 |
| BS | 69,40 | 19,80 | 4,24 | 0,09 | 0,13 | <0,01 | 0,48 | <0,1 | 0,04 | 0,31 | 0,07 | 5,14 |
| BC | 33,87 | 61,35 | 2,24 | 0,11 | 0,11 | <0,01 | 0,33 | <0,1 | 0,04 | 0,11 | 0,04 | 1,52 |
| AR | 17,31 | 79,14 | 1,35 | 0,15 | <0,1 | <0,01 | 0,36 | <0,1 | 0,03 | 0,02 | 0,09 | 1,48 |
| CPI | 2,28 | 19,07 | 4,16 | 60,65 | 2,57 | 0,22 | 0,22 | 0,16 | 0,94 | 0,05 | 3,55 | 3,95 |

Observa-se que os rejeitos SF e BS apresentaram um teor de alumina (Al_2O_3) mais elevado que os outros, o que sugere a presença de argilominerais. Além disso, a perda ao fogo (LOI) dessas amostras também foi superior. Entre 200 e 300°C ocorre a desidroxilação da goethita (FeOOH), formando hematita (Fe_2O_3) (MAGALHÃES *et al.*, 2018). Assim, espera-se que, nessas amostras, esse mineral esteja presente de forma mais importante do que nas outras. De forma geral, os teores de ferro mais elevados foram encontrados para as amostras cujos minérios de origem foram menos beneficiados (SF e BS) ao passo que os

maiores teores de sílica foram identificados para as amostras de maior beneficiamento do minério (BC e AR). Isso destaca a dependência da composição química do material com o processamento do minério, bem como seu local de coleta.

A composição mineralógica das amostras de RMF, verificada pela DRX (Figura 5.1), demonstrou que todas as amostras possuem uma elevada cristalinidade, o que sugere um baixo grau ou nenhuma reatividade, assim como apresentado pela literatura (CASTRO, 2018; FONTES *et al.*, 2016; MAGALHÃES *et al.*, 2018; YUNHONG *et al.*, 2016). Estudos apontam que o rejeito de minério de ferro possui baixo grau de pozolanicidade, mesmo quando ativados mecânicamente (YUNHONG *et al.*, 2016; MAGALHÃES *et al.*, 2018).

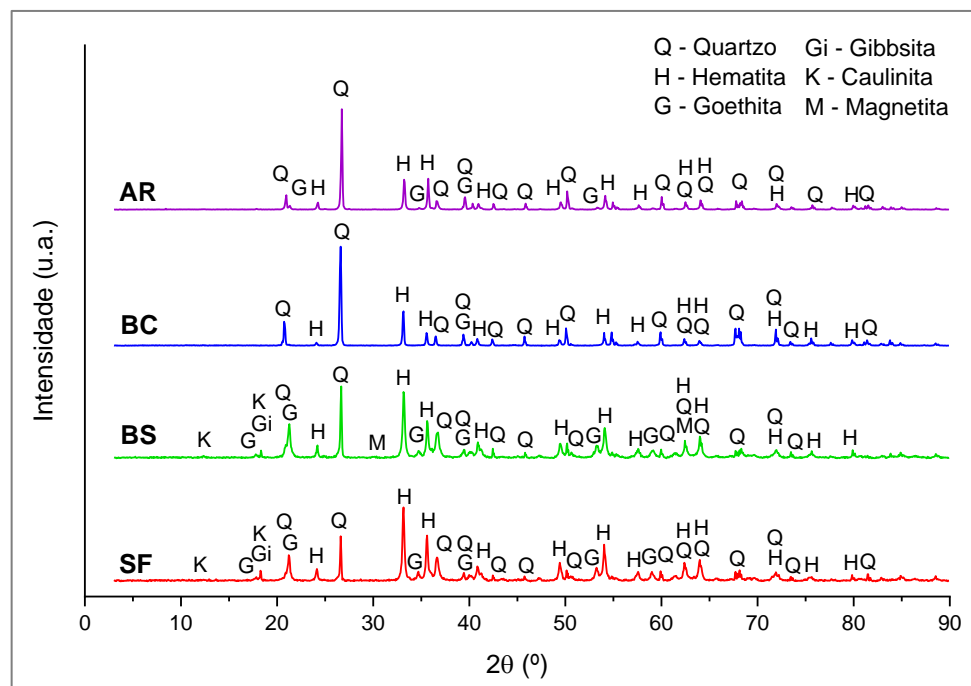


Figura 5.1 - Padrões DRX das amostras de rejeito de minério de ferro.

Sabe-se que os minérios de ferro do Quadrilátero Ferrífero, geralmente, possuem teor de magnetita inferior à 5% (LIMA *et al.*, 2011). Como os picos principais da magnetita são próximos de picos das fases majoritárias (hematita e quartzo), sua identificação por meio da DRX nessas amostras foi dificultada. Dessa forma, considerando que a magnetita é um mineral fortemente magnético, um teste de atração com ímã foi utilizado para auxiliar a confirmação da sua presença nas amostras. Para as amostras SF e BS, identificaram-se os minerais quartzo (SiO_2), hematita (Fe_2O_3), goethita (FeO), gibbsita (Al_2O_3) e caulinita ($\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e, para BS, também a magnetita ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$). Para as amostras BC e AR,

foram identificados o quartzo, a hematita e a goethita. Esse resultado é condizente com a análise química da FRX, onde os principais compostos são formados por ferro, silício e alumínio. Apesar dos rejeitos BC e AR possuírem alumínio em sua composição, não foram detectados minerais aluminosos na DRX, devido ao baixo teor existente.

Observa-se que os minerais principais são os típicos encontrados em minérios de ferro e rejeitos brasileiros (CASTRO, 2018; DAUCE *et al.*, 2018; FONTES *et al.*, 2016; MAGALHÃES *et al.*, 2018; WOLFF *et al.*, 2009). Estudos com rejeitos de minério de ferro de diferentes origens identificaram outros minerais, embora não como fase majoritária, como clorita $((\text{Mg,Fe})_3(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot (\text{Mg,Fe})_3(\text{OH})_6)$, hornblenda $((\text{Ca,Na})_{2-3}(\text{Mg,Fe,Al})_5(\text{Al,Si})_8\text{O}_{22}(\text{OH,F})_2)$, diópsido $(\text{Ca}(\text{Mg,Fe})\text{Si}_2\text{O}_6)$, meixnerita $(\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$, encontrados no rejeito chinês (TANG *et al.*, 2019; ZHAO *et al.*, 2014) e chamosita $((\text{Fe}^{2+},\text{Mg,Fe}^{3+})_5\text{Al}(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH,O})_8)$, encontrado no rejeito malasiano (SHETTIMA *et al.*, 2016). Isso destaca que a heterogeneidade dos rejeitos de minério de ferro está relacionada com as diferentes características das jazidas de onde os minérios brutos foram coletados. Além disso, segundo o estudo de Fontes (2013), os rejeitos podem apresentar propriedades diferentes de acordo com o local de disposição nas barragens.

As fases majoritárias são diferentes para cada rejeito, conforme mostra o resultado semi-quantitativo da composição mineralógica apresentado na Tabela 5.2. Assim, nota-se a influência do processo de beneficiamento na heterogeneidade do rejeito. É possível inferir que quanto maior o grau de beneficiamento do minério, mais representativo é o teor de quartzo e menos representativo é o teor de hematita. Destaca-se ainda, o importante papel do rolo magnético, utilizado no beneficiamento do minério que gerou o rejeito SF, na separação da magnetita. Para essa amostra, ainda que com pouco processamento, não foi identificada magnetita em sua composição.

Tabela 5.2 - Resultado semi-quantitativo da composição mineralógica das amostras de RMF.

| Amostra | Escala de teor (elevado → baixo) |
|----------------|--|
| SF | Hematita - Goethita - Quartzo - Gibbsita - Caulinita |
| BS | Hematita - Quartzo - Goethita - Gibbsita - Caulinita - Magnetita |
| BC | Quartzo - Hematita - Goethita |
| AR | Quartzo - Hematita - Goethita |

As Figura 5.2 a Figura 5.5 apresentam as imagens de MEV-EDS para os rejeitos estudados. Nota-se, claramente, a redução do teor de ferro nas partículas dos rejeitos

oriundos de minérios com muitas etapas de beneficiamento (BC e AR), confirmando os resultados obtidos na FRX. Além do teor de ferro, pelo mapeamento químico e pela morfologia, foi possível associar as partículas aos minerais da amostra, de acordo com os elementos presentes. Andrade (2014) relata que partículas de hematita são geralmente pequenas e tubulares e o material bastante fino, pulverulento e lamelar é característico de argilominerais. As partículas maiores, subarredondadas ou angulares são, provavelmente, quartzo (BEZERRA, 2017).

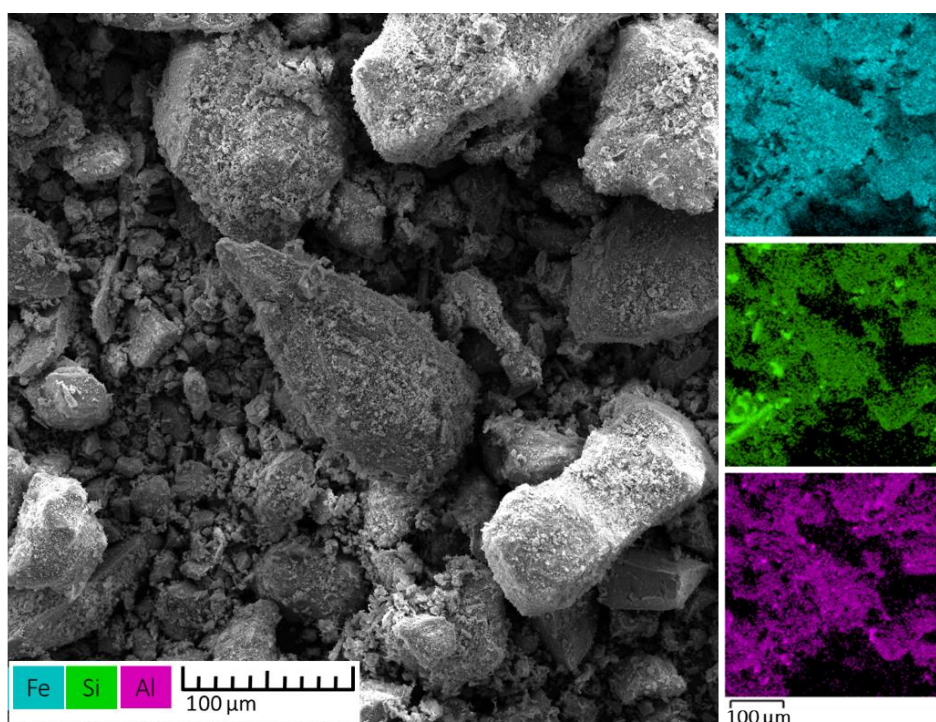


Figura 5.2 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra SF.

A amostra SF (Figura 5.2) apresenta uma grande quantidade de partículas pequenas e lamelares aderidas à superfície de grãos maiores. Observa-se que essas pequenas partículas constituem-se tanto de ferro como de silício e alumínio, sendo associadas, portanto, à óxidos de ferro, como hematita e goethita e argilominerais, como a caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$), identificados na DRX. As partículas maiores, constituídas principalmente de silício, associam-se ao quartzo. O rejeito BS (Figura 5.3) também apresenta partículas aderidas de composição química semelhante. Para as amostras BC e AR, as Figura 5.4 e Figura 5.5 indicam partículas ricas em silício, ou seja, associadas ao quartzo.

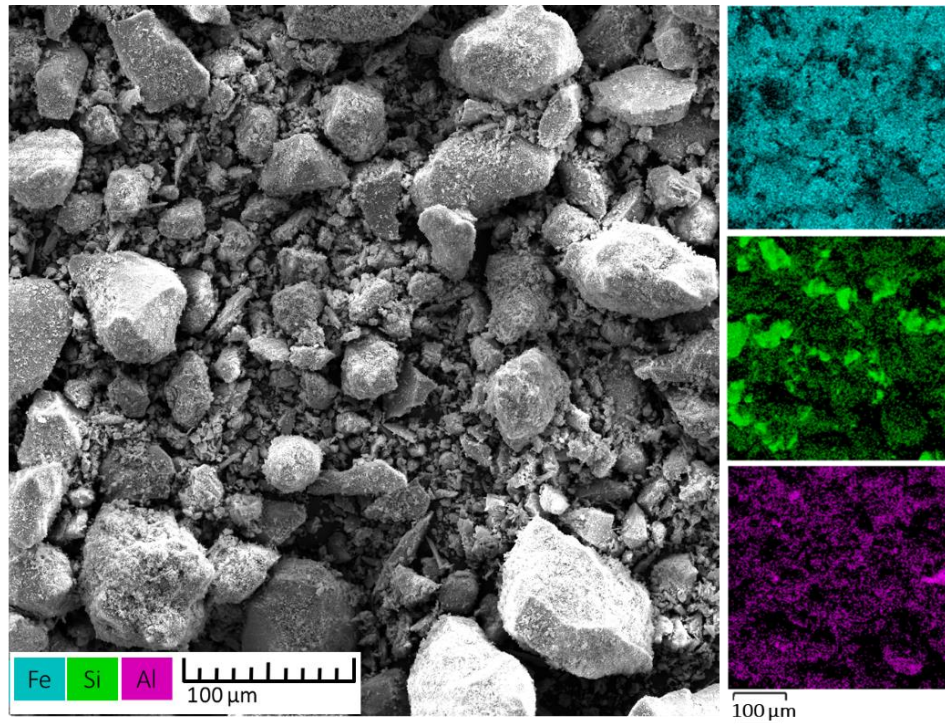


Figura 5.3 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra BS.

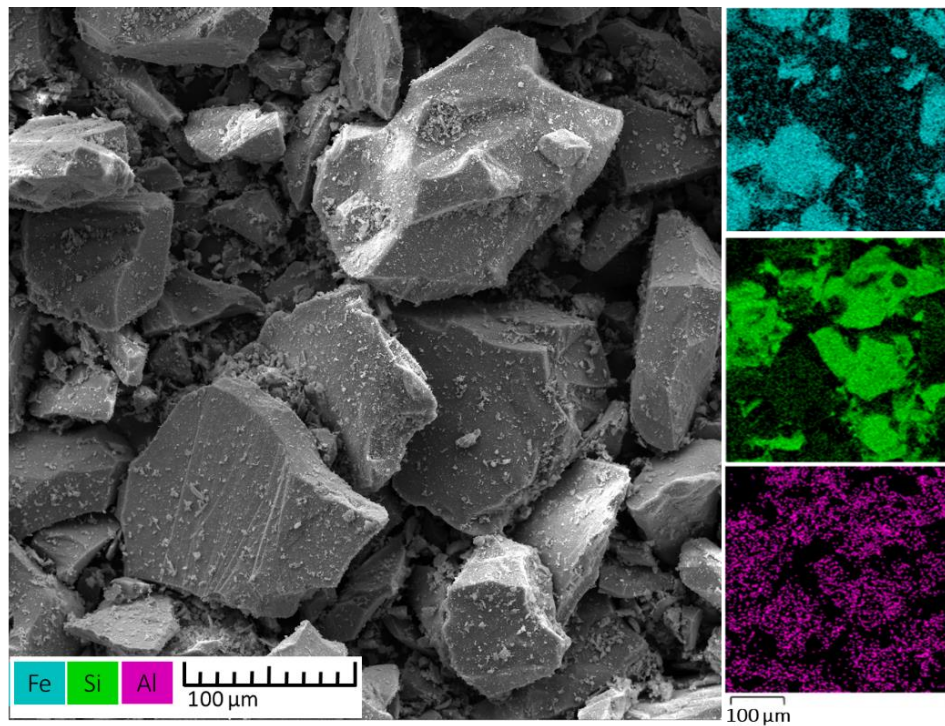


Figura 5.4 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra BC.

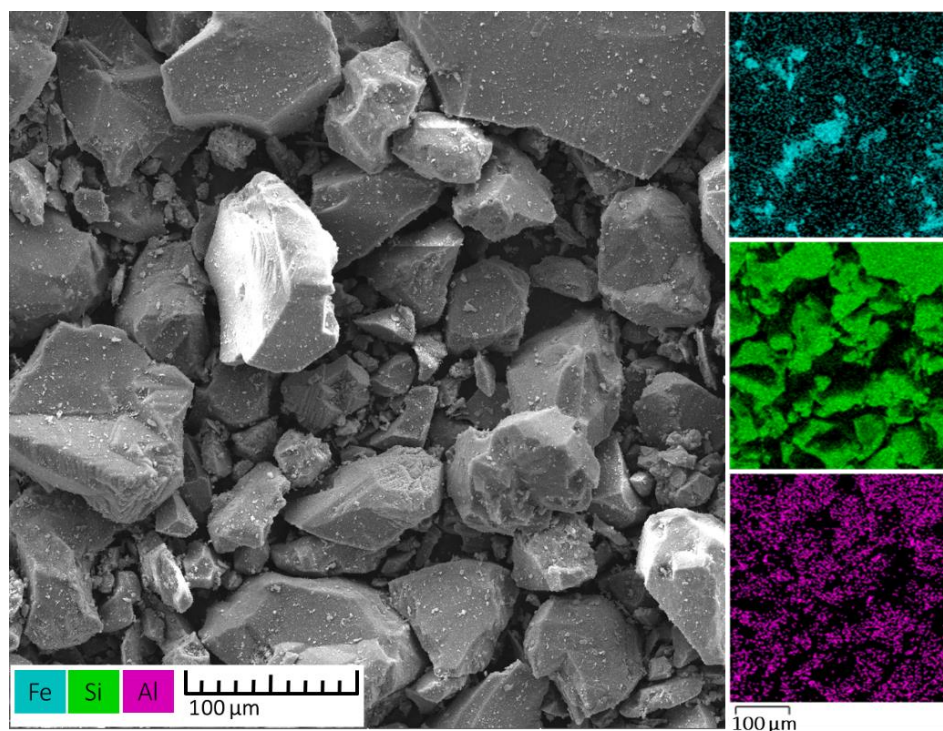


Figura 5.5 - Mapeamento químico (MEV-EDS) da amostra AR.

5.1.2 Massa específica

Na Tabela 5.3 são apresentadas as massas específicas dos rejeitos estudados e do cimento. Nota-se que, para os rejeitos oriundos de processos de beneficiamento mais simples (SF e BS), os valores obtidos da massa específica foram elevados: 4,234 g/cm³ e 4,359 g/cm³, respectivamente, chegando a ser 35% superior ao cimento (3,221 g/cm³). Isso é devido ao maior teor de Fe dessas amostras, conforme análise de FRX. Destaca-se que o rejeito AR possui massa específica inferior ao do cimento devido ao maior teor de sílica.

Tabela 5.3 - Massa específica dos materiais.

| Amostra | Massa específica (g/cm³) |
|--------------------|--|
| SF | 4,234 |
| BS | 4,359 |
| BC | 3,489 |
| AR | 2,807 |
| Cimento CPI | 3,221 |

Os resultados obtidos neste estudo encontram-se dentro dos valores apresentados pela literatura brasileira (ARISTIMUNHO E BERTOCINI, 2012; BEZERRA, 2017;

CARRASCO *et al.*, 2017; CASTRO, 2018; COSTA *et al.*, 2014; FONTES *et al.*, 2016), cujos rejeitos são similares aos desta pesquisa. Entretanto, observa-se que as massas específicas, principalmente dos rejeitos SF e BS, são levemente superiores às de rejeitos oriundos de minérios chineses e de outros países, o que explicita as diferenças mineralógicas das jazidas exploradas no mundo. Além disso, os resultados ressaltam a heterogeneidade das amostras estudadas.

5.1.3 Granulometria e morfologia de partículas

O resultado da distribuição granulométrica à laser dos rejeitos, ilustrada na Figura 5.6, mostra que, mesmo após a moagem dos materiais, a presença de partículas de dimensões superiores às do cimento ainda é significativa, para todas as amostras. É possível observar uma similaridade entre as amostras SF e BC e as amostras BS e AR, apesar da diferença mineralógica. Os rejeitos SF e BC apresentam uma maior proximidade granulométrica com o cimento CPI, principalmente na fração inferior à 5 μm , e uma distribuição discreta mais variável, com importante presença de partículas inferiores à 10 μm . Ao passo que os rejeitos BS e AR possuem granulometria menos heterogênea, com concentração de partículas entre 40 μm e 150 μm .

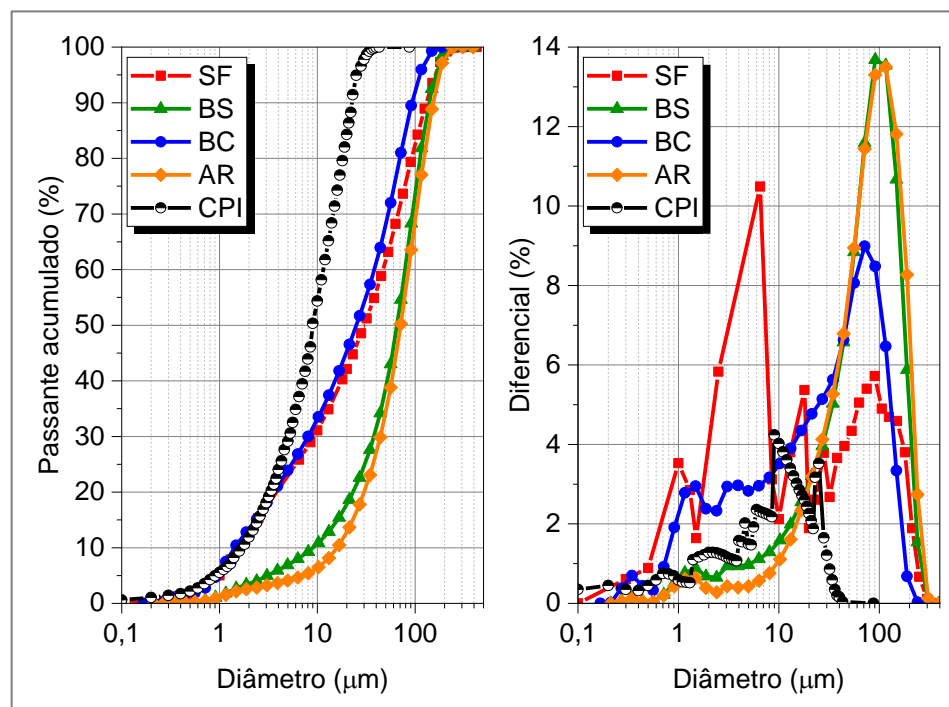


Figura 5.6 - Distribuição granulométrica acumulada e discreta das partículas de rejeito.

A Tabela 5.4 indica os decis D_{90} , D_{50} e D_{10} das amostras, cujos resultados explicitam a maior granulometria dos rejeitos em comparação com o cimento. Pode-se dizer que o rejeito BC é a amostra de maior finura, com D_{50} de 25,11 μm , e o rejeito AR a amostra de menor finura, com D_{50} de 71,16 μm . Destaca-se que, considerando a maior quantidade de quartzo do rejeito AR, mineral de grande dureza, identificado nos resultados de FRX e DRX, era esperado que essa amostra apresentasse resistência à moagem, resultando em uma maior granulometria de partículas. Além disso, por ser um rejeito gerado após muitos processos de beneficiamento e considerando o local de coleta (espessador de rejeito após flotação), a menor variedade granulométrica pode ser justificada pela separação do rejeito durante as etapas de processamento anteriores, conforme ilustrado na Figura 4.6.

Tabela 5.4 - Decis D_{90} , D_{50} e D_{10} das amostras de rejeito e de cimento.

| Amostra/Decil | SF | BS | BC | AR | CPI |
|-----------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|
| D₉₀ | 130.1 | 138.4 | 92.71 | 152.1 | 22.55 |
| D₅₀ | 30.09 | 65.36 | 25.11 | 71.16 | 8.96 |
| D₁₀ | 1.568 | 9.049 | 1.428 | 15.98 | 1.7 |

Comparativamente a amostras de rejeitos utilizados como adição ou substituição do aglomerante, estudadas por outros autores, os resíduos desta pesquisa se apresentaram mais grosseiros. Magalhães *et al.* (2018), após a moagem do RMF em moinho planetário, obtiveram diâmetro médio de partículas de 14,13 μm e Bezerra (2017), com rejeito coletado da deslamagem, obteve D_{50} de 11,65 μm , sem moagem. No estudo de Yunhong *et al.* (2016), utilizando rejeito chinês, de maior teor de quartzo, os autores identificaram que, naturalmente, o RMF apresentou D_{50} igual a 124,73 μm e, após moagem em moinho de bolas, esse valor foi reduzido para 9,43 μm . Portanto, nota-se que a variação granulométrica das partículas de rejeito de minério de ferro é uma indicação de geologia inerente às diferentes regiões, além dos diferentes processos de moagem e preparação do material (YELLISHETTY *et al.*, 2008).

As diferenças na granulometria e na morfologia das partículas podem ser percebidas também por meio de imagens de MEV (Figura 5.7).

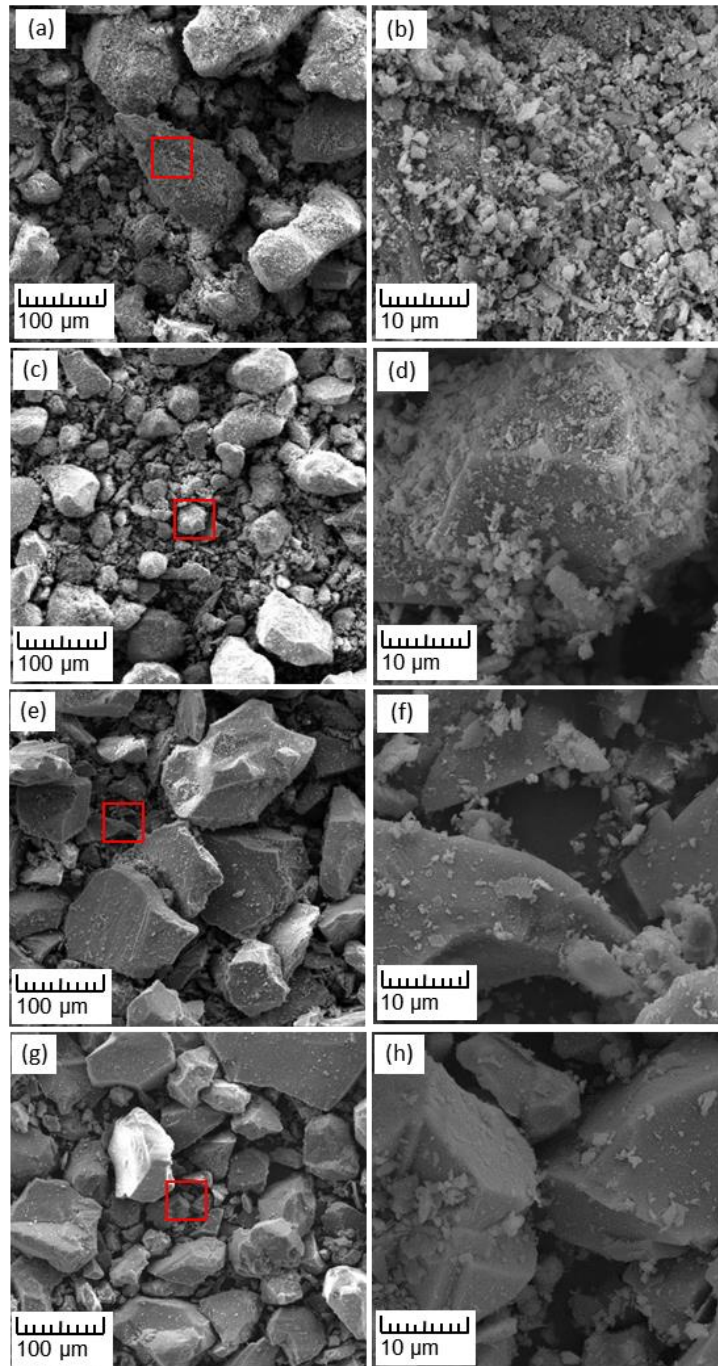


Figura 5.7 - MEV das partículas da amostra (a e b) SF; (c e d) BS; (e e f) BC; (g e h) AR.

Observa-se que a amostra SF (Figura 5.7 a e b) apresenta uma grande distribuição de tamanho de grãos, possuindo grandes partículas de formas irregulares, angulares e subarredondadas e muitas partículas pequenas e lamelares aderidas à superfície de grãos maiores. Da mesma maneira, as partículas do rejeito BS (Figura 5.7 c e d) também apresentam uma grande quantidade de partículas aderidas. Entretanto, a imagem indica uma maior quantidade da fração fina do material e com menos angulosidade na forma das

partículas, o que pode sugerir a possibilidade de aglomeração de partículas, culminando em uma maior granulometria obtida no ensaio à laser, como observado por Bezerra (2017). Para os rejeitos BC e AR, as Figura 5.7 (e e f), e Figura 5.7 (g e h), respectivamente, exibem partículas irregulares e subarredondadas mais lisas, devido à maior presença do quartzo nessas amostras.

De forma geral, nota-se que, os rejeitos compartilham a mesma morfologia de partículas (forma irregular), identificada por diversos autores (FONTES *et al.*, 2016; ZHAO *et al.*, 2014; Yu *et al.*, 2012; SHETTIMA *et al.*, 2016). Contudo, a granulometria e o aspecto da superfície dos grãos dependem das propriedades mineralógicas do material e dos processos de beneficiamento que o minério bruto sofreu.

5.1.4 Área superficial específica e porosidade

A área superficial específica dos materiais depende não somente da sua granulometria, como também da porosidade e rugosidade de suas partículas. Convencionalmente, é sugerido que a superfície externa de uma material sólido inclua todas as proeminências e também a superfície das fissuras que são mais largas e profundas (SING *et al.*, 1985). A Figura 5.8 mostram as isotermas de adsorção e dessorção obtidas para as amostras de rejeito de minério de ferro e a Figura 5.9, a distribuição de poros de cada uma.

Para todos os rejeitos, as isotermas são do tipo V com histerese do tipo H3, de acordo com a classificação de isotermas da IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*). Esse tipo de isoterma é característico de materiais mesoporosos ($2 \text{ nm} < \text{Ø} < 50 \text{ nm}$) e cujas partículas apresentam vazios internos na forma de placas paralelas, formando poros fenda, cones ou cunhas (SING *et al.*, 1985; PENA *et al.*, 2008). Apesar de possuírem curvas típicas de sorção semelhantes, nota-se que o volume de gás adsorvido pelas amostras não é igual, indicando uma diferença na porosidade e área superficial dos rejeitos.

A partir dos resultados de porosidade, observa-se que as amostras SF e BS possuem um maior volume de poros, enquanto as amostras BC e AR apresentam menor porosidade. No caso do rejeito AR, os poros estão mais concentrados na faixa de tamanho de raio de 10 a 20 Å, o rejeito BC, em torno de 20 Å e, para os rejeitos SF e BS, há uma maior diversificação de tamanho de poros, distribuídos, principalmente, entre raios de 10 a 100 Å. Destaca-se que, para as duas primeiras amostras há um pico intenso de adsorção de gás em poros próximos de 150 Å, o que pode estar associado à rugosidade dessas partículas.

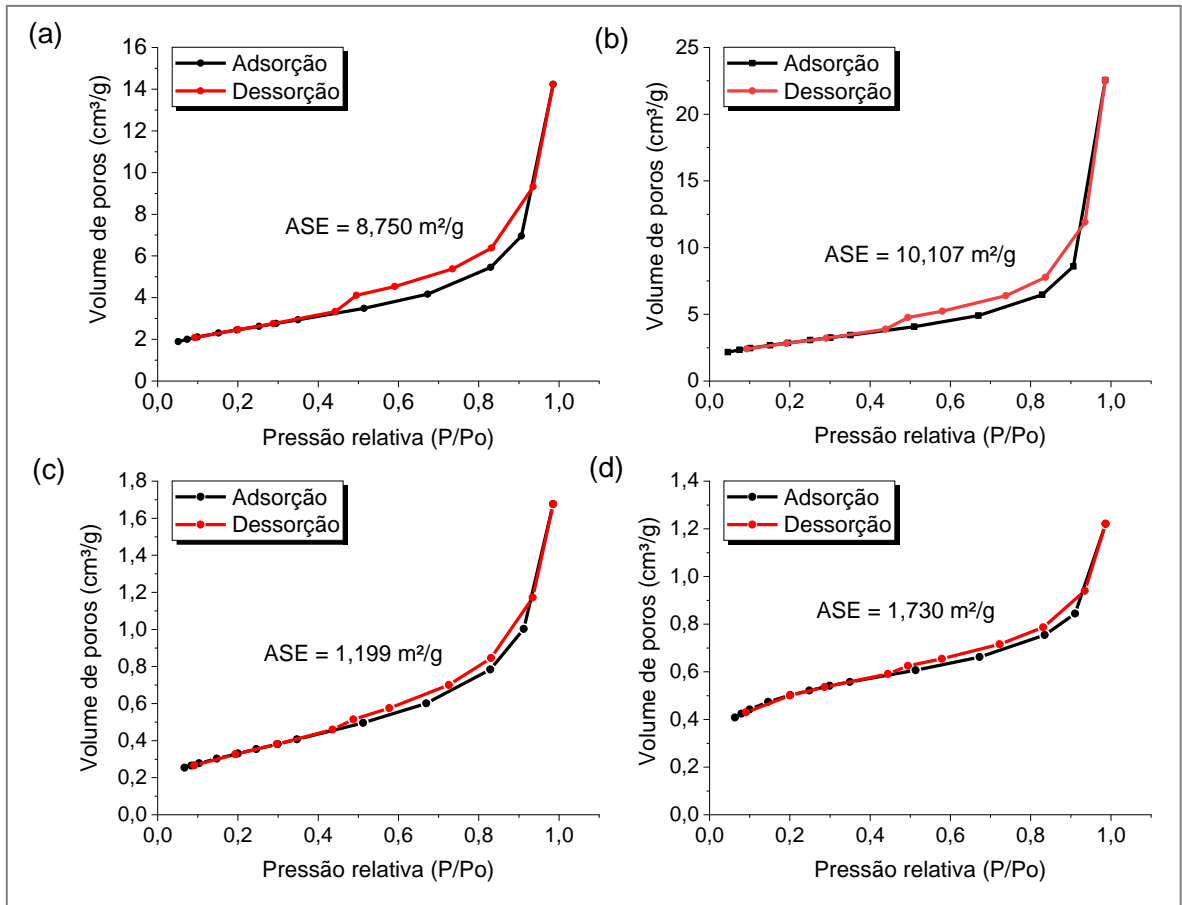


Figura 5.8 - Isotherma de sorção da amostra (a) SF; (b) BS, (c) BC; (d) AR.

A superfície das partículas dos rejeitos são apresentadas nas imagens de MEV na Figura 5.10. Percebe-se que as amostras SF e BS (Figura 5.10 a e b) possuem muitas partículas finas e lamelares, de hematita e argilominerais, aderidas à superfície de grãos maiores de quartzo. Salienta-se que a Figura 5.10 (a) representa a superfície de uma partícula maior, cujos contornos não podem ser vistos, devido à escala da imagem. A presença dessas partículas, pode estar relacionada à maior heterogeneidade mineralógica desses rejeitos, devido ao menor grau de beneficiamento dos minérios originários. Por outro lado, as amostras BC e AR (Figura 5.10 c e d) apresentam a superfície das partículas mais lisa e com menor quantidade de partículas finas, principalmente no rejeito AR.

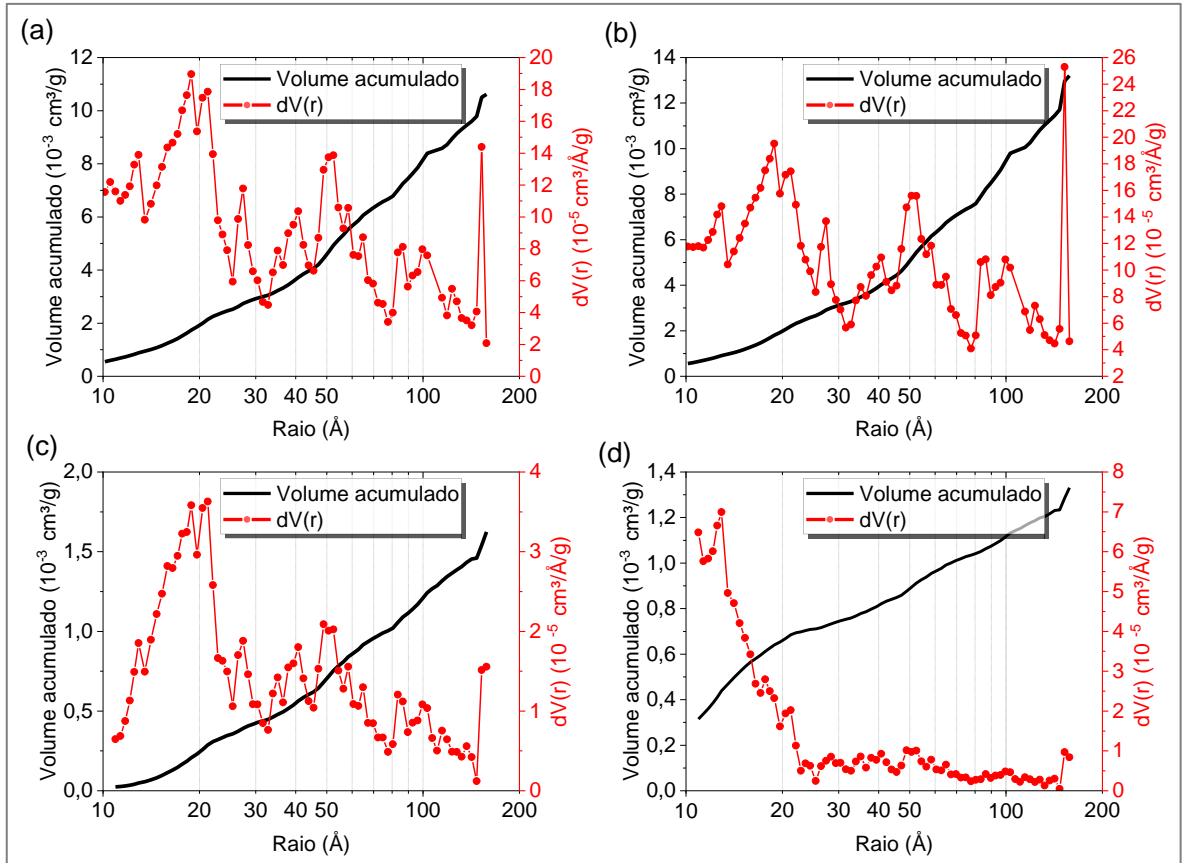


Figura 5.9 - Distribuição de poros das amostras (a) SF; (b) BS, (c) BC; (d) AR.

De forma resumida, a ASE, volume total de poros e raio médio dos poros das amostras de RMF e de cimento são apresentados na Tabela 5.5. Em razão da presença de grande quantidade de partículas finas aderidas às maiores, as amostras SF e BS apresentaram as maiores ASE: 8,750 e 10,107 m^2/g , respectivamente. Esses valores foram de 5 a 8 vezes superiores aos resultados encontrados para as outras amostras de RMF. De forma oposta, as amostras BC e AR obtiveram valores de ASE próximas a do cimento, com 1,199 e 1,730 m^2/g , respectivamente. Tal resultado ocorreu devido à elevada concentração de quartzo nas amostras. Por ser um mineral de maior dureza, o quartzo reduziu a eficiência da moagem na preparação das amostras, influenciando sua granulometria e, conseqüentemente, contribuindo para a menor ASE.

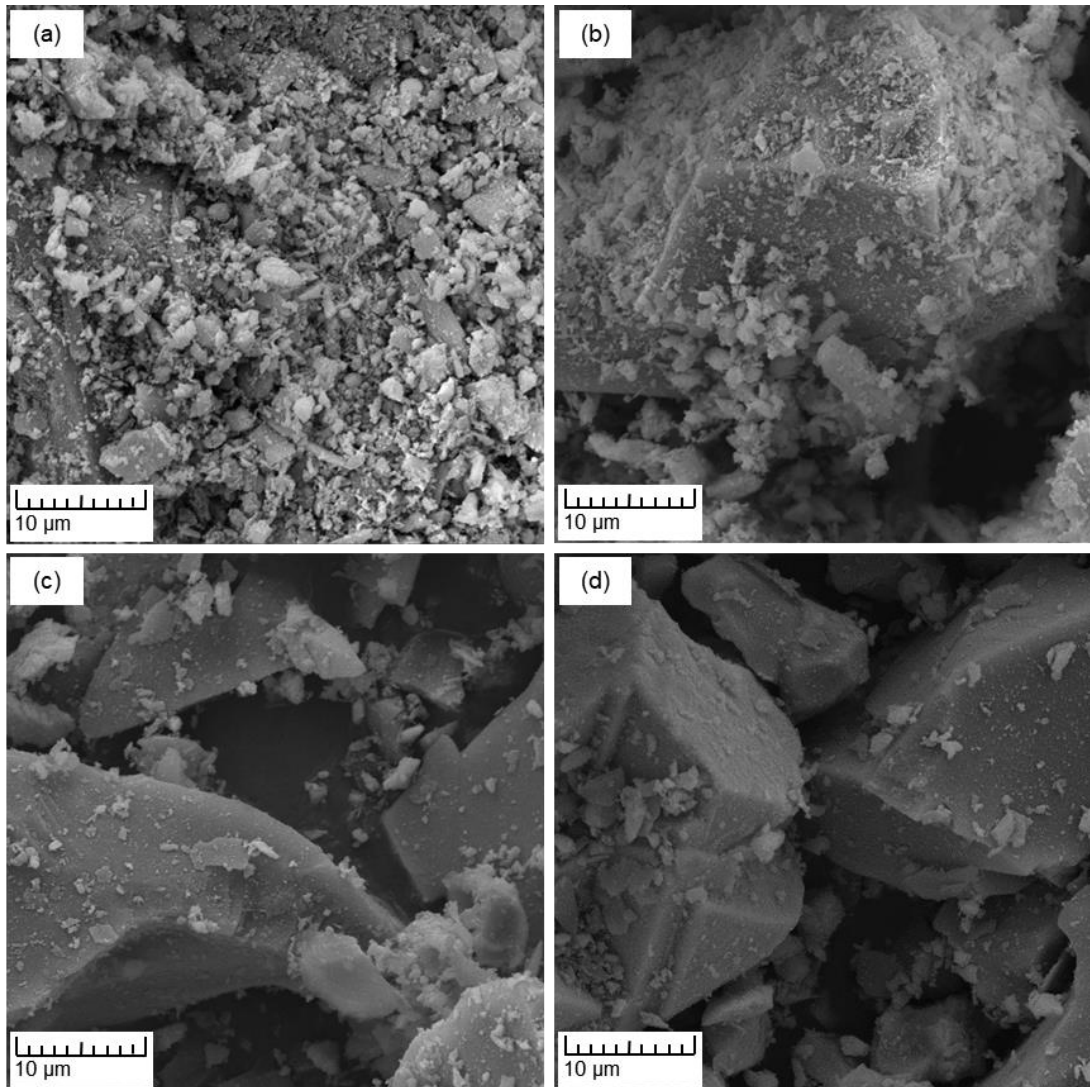


Figura 5.10 - Superfície das partículas de rejeito de minério de ferro (MEV 5000x) (a) SF, (b) BS, (c) BC, (d) AR.

Tabela 5.5 - Área superficial específica e porosidade dos materiais.

| Amostra | ASE (m ² /g) | Volume total de poros (10 ⁻³ cm ³ /g) | Raio médio de poros (Å) |
|-------------|-------------------------|---|-------------------------|
| SF | 8,750 | 12,540 | 50,310 |
| BS | 10,107 | 16,850 | 69,035 |
| BC | 1,199 | 1,625 | 43,216 |
| AR | 1,730 | 1,331 | 21,829 |
| Cimento CPI | 1,705 | 2,899 | 74,234 |

O volume total e raio médio dos poros apresenta o mesmo comportamento, sendo maiores para os rejeitos mais finos. Entretanto, apesar de não ser a amostra de menor área superficial específica, identificou-se a amostra AR como sendo a menos porosa e de menor

raio médio de poros. Esse fato pode ser atribuído à sua menor heterogeneidade mineralógica e granulométrica, sendo um material mais uniforme.

Nota-se que os resultados obtidos nesta pesquisa estão na mesma ordem de grandeza daqueles obtidos por Castro (2018) ($6,02 \text{ m}^2/\text{g}$) e Yunhog *et al.* (2016) ($2,03 \text{ m}^2/\text{g}$). Mesmo com a moagem em ambos os estudos, os rejeitos analisados possuem ASE um pouco menores que das amostras SF e BS. Yunhog *et al.* (2016) ainda ressaltam que maiores tempos de moagem levam à aglomeração das partículas, devido ao aumento da energia de superfície, reduzindo a área específica “aparente” do material.

5.2 Propriedades no estado fresco

Os resultados da influência da adição dos rejeitos na trabalhabilidade dos microconcretos são apresentados na Figura 5.11 e a aparência das misturas após aplicação dos golpes na mesa de espalhamento são ilustradas na Figura 5.12. A introdução de 40% de RMF, mantendo-se o fator a/c , levou à redução da trabalhabilidade de todos os microconcretos. Conforme já observado por Fontes *et al.* (2016) e Castro (2018), quanto maior a proporção de RMF, maior a quantidade de água requerida e, acima de 20%, o efeito de adição nesta propriedade é mais evidente. Suas partículas de forma irregular e com grande porosidade são responsáveis pela alta demanda de água (SHETTIMA *et al.*, 2016). Além disso, a demanda de água para o rejeito é levemente superior ao do cimento (HAN *et al.*, 2017).

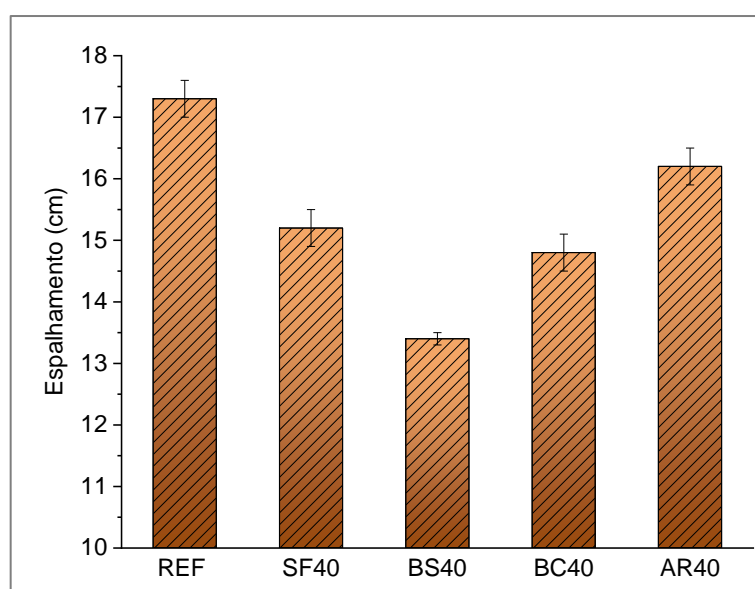


Figura 5.11 - Índice de consistência dos microconcretos.



Figura 5.12 - Fotos do espalhamento na *Flow Table* do microconcreto (a) de referência, (b) SF40, (c) BS40, (d) BC40 e (e) AR40.

Entretanto, nota-se que a intensidade da influência dos rejeitos na consistência dos microconcretos é dependente das propriedades de cada um: finura, massa específica e características morfológicas. Buscando compreender melhor as influências na demanda de água das diferentes composições de argamassas, a Tabela 5.6 exhibe a variação de volume de sólidos, volume de água e área de finos de cada amostra. Para tanto, levou-se em conta o consumo de materiais, massa específica e área superficial específica, considerando o cimento e os rejeitos como os sólidos finos da composição.

Tabela 5.6 - Volume e área de finos e volume de água por cm^3 de argamassa.

| Amostra | Volume de finos (cm^3/cm^3) | Δ_{vf} | Volume de água (cm^3/cm^3) | Δ_{va} | Área de finos (m^2/cm^3) | Δ_{af} |
|-------------|---|---------------|--|---------------|--|---------------|
| REF | 0,160 | - | 0,257 | - | 0,878 | - |
| SF40 | 0,199 | 24,38% | 0,245 | -4,64% | 2,555 | 191,12% |
| BS40 | 0,198 | 23,71% | 0,246 | -4,51% | 2,825 | 221,91% |
| BC40 | 0,207 | 29,30% | 0,243 | -5,57% | 1,062 | 20,99% |
| AR40 | 0,217 | 35,93% | 0,240 | -6,83% | 1,150 | 30,98% |

Δ_{vf} = variação do volume de finos; Δ_{va} = variação do volume de água; Δ_{af} = variação da área de finos.

Apesar do alto teor de adição, devido a elevada massa específica do rejeito BS, sua utilização proporcionou um aumento no volume de sólidos presentes na argamassa de apenas

23,71%. Contudo, sua área superficial específica e porosidade muito elevadas contribuíram para um importante acréscimo de área de finos, ou “área de molhagem” (221,91%), o que resultou em um aumento na demanda de água e na maior redução de trabalhabilidade dos microconcretos (22,5%). O microconcreto BS40 apresentou uma consistência mais seca, próxima de uma argamassa tipo “farofa”, com praticamente nenhum espalhamento na mesa e com pequena perda de coesão, embora ainda se mantivesse plástica, conforme ilustra a Figura 5.12 (c). De forma similar, o rejeito SF reduziu a trabalhabilidade em 12,1% ao ser introduzido na mistura. Entretanto, suas características mantiveram o microconcreto SF40 com coesão próxima ao do microconcreto de referência, apesar da consistência mais seca (Figura 5.12 (b)). Com menor porosidade e área superficial em comparação à amostra BS, a redução da trabalhabilidade no microconcreto com adição do rejeito SF ocorreu em menor escala.

Os rejeitos BC e AR, de menores massas específicas, levaram a um maior aumento no volume de sólidos (29,30% e 35,93%, respectivamente), o que impactou a demanda de água. Entretanto, por possuírem baixa área superficial específica, e próxima do cimento, além da pequena porosidade, a “área de molhagem” foi pouco alterada, ocorrendo redução de trabalhabilidade em 14,4% (BC40) e 6,3% (AR40). Ambos os microconcretos, BC40 e AR40, apresentaram a plasticidade e coesão mais similar ao do microconcreto de referência, como demonstram as Figura 5.12 (d e e). Entretanto, no microconcreto AR40, ocorreu uma pequena exsudação, provavelmente em consequência da superfície lisa (baixa porosidade) das partículas e da granulometria mais grosseira do RMF.

5.3 Propriedades no estado endurecido

Neste capítulo, são apresentados os resultados das propriedades mecânicas e indicadores de durabilidade dos microconcretos com e sem adição de RMF.

5.3.1 Resistência à compressão

A resistência à compressão aos 28 dias dos microconcretos é apresentada na Figura 5.13. De forma geral, considerando os valores médios, a adição de RMF em microconcretos tende a promover aumento de resistência à compressão, com comportamento inverso ao observado na consistência. Durante a aplicação da carga sob os corpos de prova, identificou-

se que, para os microconcretos com adição de RMF, o rompimento ocorreu de forma mais brusca.

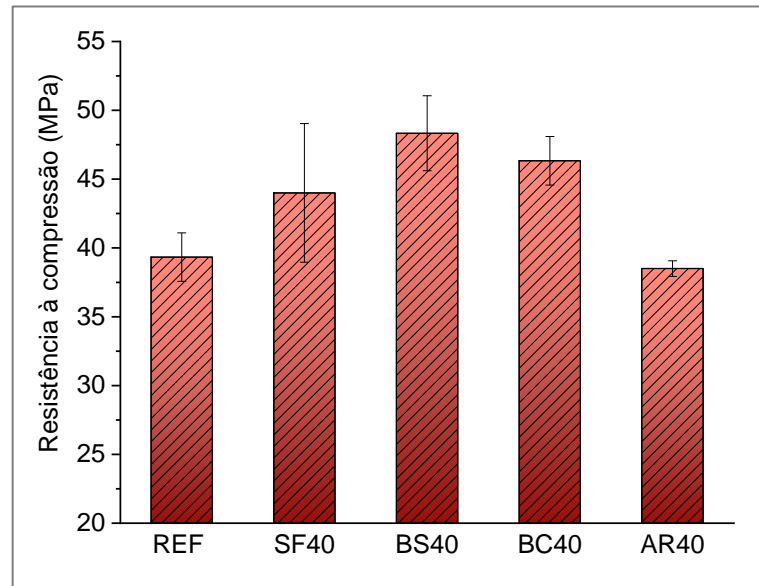


Figura 5.13 - Resistência à compressão aos 28 dias dos microconcretos.

Para o microconcreto BS40, de menor índice de consistência, a resistência à compressão alcançou 48,3 MPa, o que representa um aumento de 22,9% em relação ao microconcreto de referência (39,3 MPa). As amostras BC40 e SF40 também apresentaram ganhos de resistência de 17,8% e 11,8%, respectivamente, e apenas a amostra AR40 se mostrou menos resistente que a de referência, embora essa perda possa ser considerada irrelevante (2,1%). Esses resultados corroboram com os encontrados por Castro (2018), alcançando um ganho de resistência de 14% com o mesmo teor de adição. Entretanto, para Aristimunho e Bertocini (2012), somente foi observado ganho de resistência para adições no teor de 8%.

Apesar das diferenças nos valores médios de resistência, estatisticamente, os valores são equivalentes, devido aos desvios-padrões das amostras. Conforme observado pelo teste ANOVA (Tabela 5.7), os resultados das amostras com adição de rejeito, tanto quando comparados entre si quanto quando comparados com a amostra de referência, foram equivalentes. Isso indica uma manutenção da propriedade e não influência da heterogeneidade dos RMFs.

Tabela 5.7 - Resultado do teste ANOVA para a resistência à compressão dos microconcretos.

| Análise | F | valor-P | F crítico | Diferença |
|------------------------|------|---------|-----------|-------------------|
| Todas as amostras | 2,35 | 0,12 | 3,48 | Não significativa |
| Entre amostras com RMF | 1,99 | 0,19 | 4,07 | Não significativa |

No caso do uso do RMF como substituição do cimento Portland, o efeito é negativo com aumento do teor de substituição, uma vez que ocorre menor formação de compostos hidratados, devido à redução do teor de cimento (MAGALHÃES *et al.*, 2017; FONTES *et al.*, 2016; YUNHONG *et al.*, 2016). Considerando a não reatividade do RMF, sua influência na resistência mecânica está relacionada a efeitos físicos, como empacotamento das partículas (preenchimento de vazios), interação entre a matriz cimentícia e o agregado (aderência), influência na formação dos compostos hidratados (nucleação) e ao fator água/cimento efetivo. Para a melhor avaliação da influência da adição de RMF em matrizes cimentícias no que tange à nucleação, deve-se realizar um acompanhamento da formação dos compostos hidratados por meio de ensaio de difração de raios-X em diferentes idades, ensaio de calorimetria ou termogravimetria. Nesta pesquisa, optou-se por conduzir apenas uma análise mais aprofundada sobre os outros aspectos físicos da influência do material nos microconcretos.

Com as porcentagens volumétricas referentes a cada classe de tamanho de grão, obtidas pelos dados de composição granulométrica e massa específica dos materiais, construiu-se a curva de empacotamento, como ilustra a Figura 5.14. Os resultados foram comparados com a curva de empacotamento ideal do modelo de Andreassen Modificado (FUNK E DINGER, 1994).

Observa-se que todas as curvas experimentais se encontram abaixo da curva do modelo, o que significa que o índice de vazios destas é elevado. Os resultados sugerem que é necessário uma melhor composição de partículas, exigindo um aumento do percentual volumétrico em toda a faixa de diâmetros considerada. Nota-se ainda, a existência de patamares no gráfico, que se devem à graduação aberta da areia, em quantidade mais importante que os rejeitos. Nesse caso, a utilização de 25% em peso de cada faixa da areia normal do IPT não foi benéfica para o empacotamento.

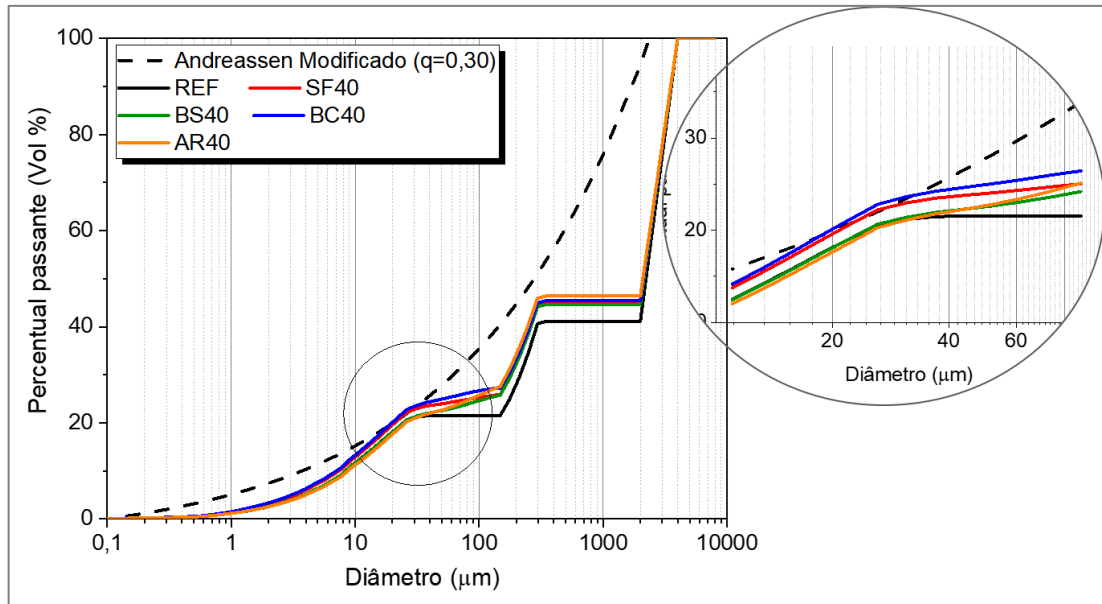


Figura 5.14 - Curva de empacotamento de partículas dos microconcretos com e sem adição.

Entre as composições com adição de RMF, existe uma variação mais visível apenas na faixa entre 10 e 100 μm , como ilustra o detalhe na Figura 5.14. Nessa região, há diferenças na distribuição de diâmetro de partículas dos rejeitos, conforme apresentado nos resultados de granulometria. Utilizando o Método dos Mínimos Quadrados (Tabela 5.8), obteve-se que os valores da soma residual dos quadrados (RSS) são elevados, devido ao distanciamento das curvas granulométricas em relação à curva de Andreassen Modificado. Entretanto as amostras com RMF apresentaram RSS inferior à amostra REF, o que indica que a adição dos rejeitos tende a promover uma melhora no empacotamento de partículas, aproximando as curvas à ideal. A amostra BC40 foi a que mais se aproximou da curva do modelo, porém, destaca-se que as diferenças dos resultados em relação à amostra de referência e entre as amostras com RMF foram menores que 5%. De forma geral, a heterogeneidade dos rejeitos não influencia significativamente o empacotamento de partículas.

Tabela 5.8 - RSS das curvas de empacotamento de partículas dos microconcretos.

| | REF | SF40 | BS40 | BC40 | AR40 |
|------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| RSS | 343885,9 | 331711,0 | 336526,4 | 328199,2 | 334402,6 |

Com a introdução dos rejeitos nos microconcretos, ocorreu o efeito contrário ao de diluição do cimento, uma vez que estes foram adicionados na mistura, mantendo-se fixo o fator a/c. Dessa forma, parte da água teve como função molhar a superfície das partículas

inertes do RMF, além da areia. Considerando a área de finos apresentada na Tabela 5.6, pode-se inferir que as amostras SF40 e BS40, reduziram fortemente o $f_{a/c}$ efetivo, sendo esse também um dos fatores que influenciaram o ganho médio de resistência mecânica.

Além da área superficial específica, a rugosidade das partículas dos rejeitos pode influenciar a resistência dos microconcretos. Segundo Han *et al.* (2017), as partículas de RMF promovem uma baixa aderência dos compostos hidratados circundantes, por apresentarem baixa rugosidade, efeito que é mais evidente para partículas maiores. Ademais, no caso das partículas finas, pode ocorrer uma compensação desse efeito adverso de baixa aderência, pelo preenchimento da zona de transição entre o agregado miúdo e a pasta endurecida pelo rejeito, beneficiando o desenvolvimento da resistência da argamassa (HAN *et al.*, 2017). Portanto, para o microconcreto AR40, o efeito da granulometria e as características da superfície das partículas podem ter contribuído para a diferença na resistência à compressão média, em comparação com os outros microconcretos com adição.

O preenchimento de vazios por partículas de RMF na região próxima aos agregados, nas amostras com adição de rejeito, pode ser visto nas Figura 5.15 a Figura 5.18. Quanto maior a finura da partícula de rejeito, mais próxima do agregado (partícula rica em silício) ela se encontra. Além disso, observa-se uma boa dispersão dos rejeitos na matriz, principalmente na amostra BS40. É possível perceber a presença de fissuras na matriz, devido à consistência dos microconcretos, e em regiões próximas à partículas de ferro de maior granulometria, como na amostra SF40 (Figura 5.15). Entretanto, de forma geral, as imagens indicam uma boa aderência entre os rejeitos e a matriz cimentícia.

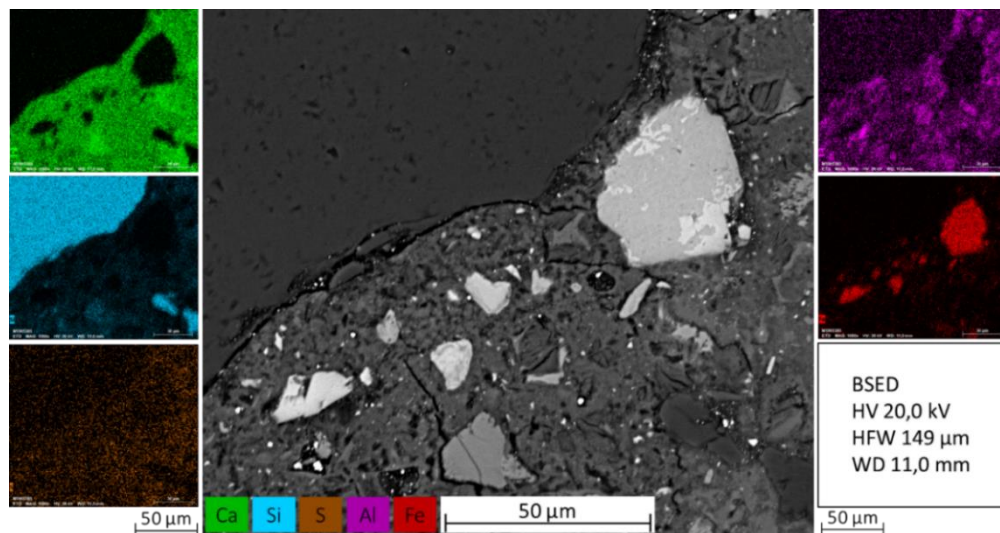


Figura 5.15 - Mapeamento EDS amostra SF40.

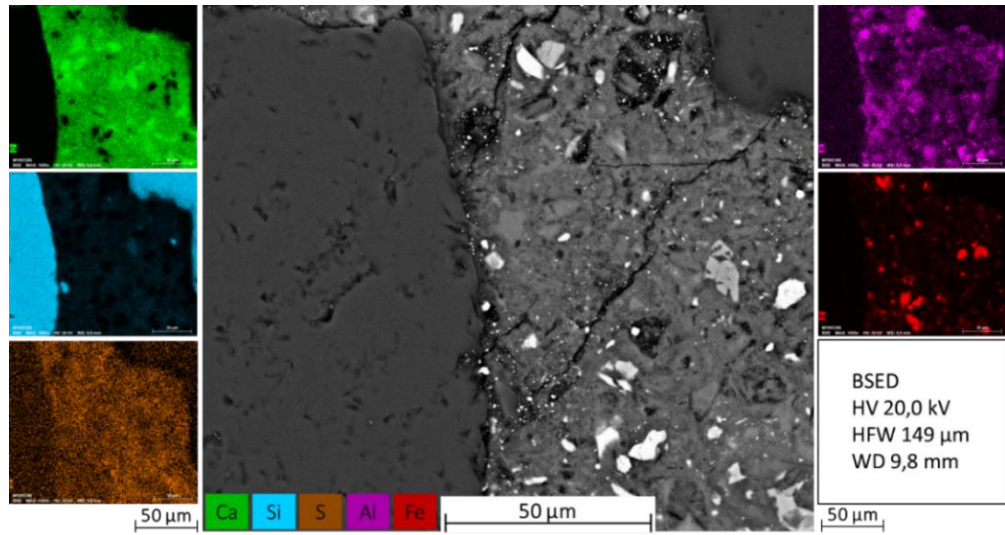


Figura 5.16 - Mapeamento EDS amostra BS40.

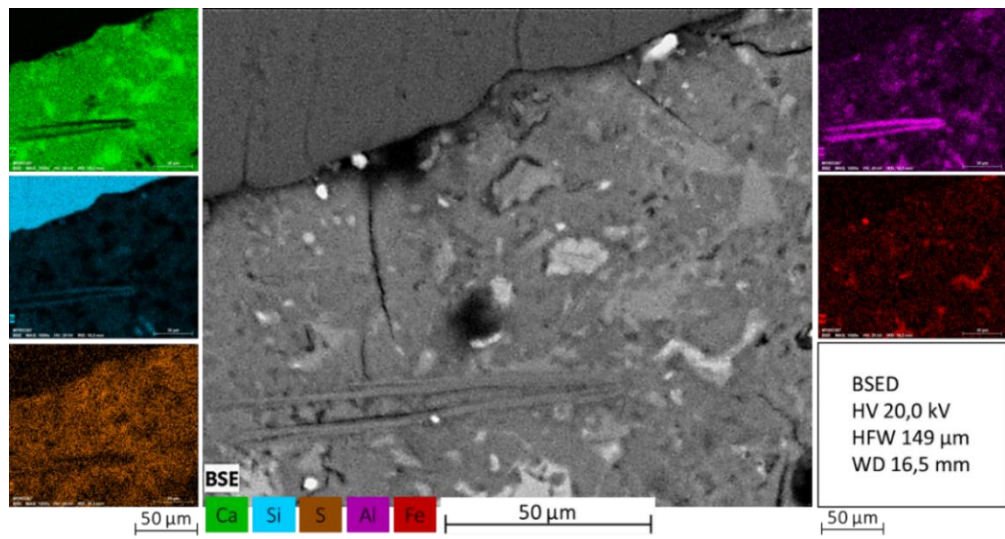


Figura 5.17 - Mapeamento EDS amostra BC40.

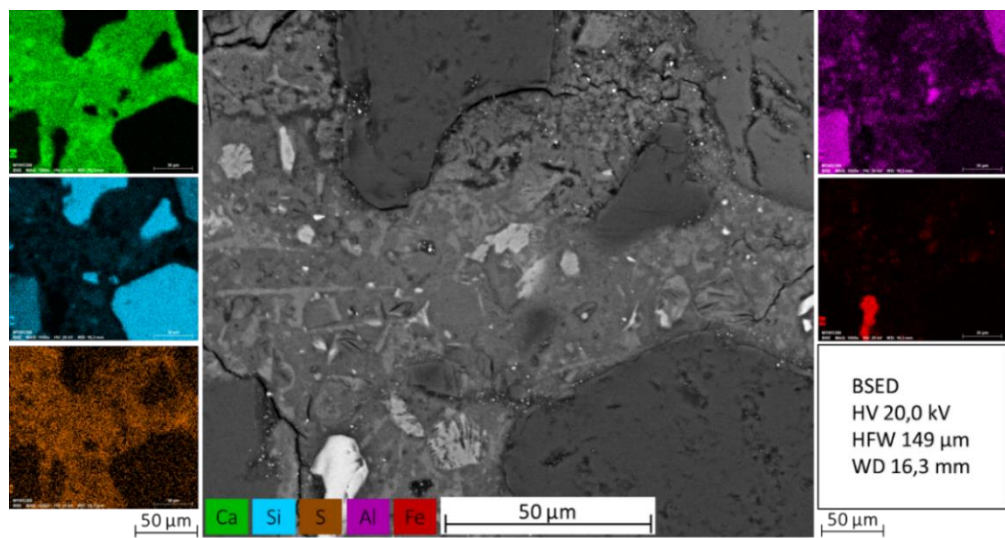


Figura 5.18 - Mapeamento EDS amostra AR40.

5.3.2 Absorção de água e porosidade

A taxa de transporte de agentes agressivos em concretos é governada pela taxa de penetração de água, uma vez que é através da umidade que estes são transportados para o interior do compósito. Dessa forma, os mecanismos de absorção capilar e permeabilidade, relacionados à dimensão e conectividade de poros, são importantes fatores no estudo da sua durabilidade do concreto. A Figura 5.19 apresenta os resultados da absorção de água por imersão (Ai), porosidade aberta (Pa) e total (Pt) e coeficiente de capilaridade (Cc) dos microconcretos. Observa-se que, em todas as amostras, a absorção de água é menor que 10%, indicando uma boa durabilidade dos compósitos, de acordo com Neville (1997).

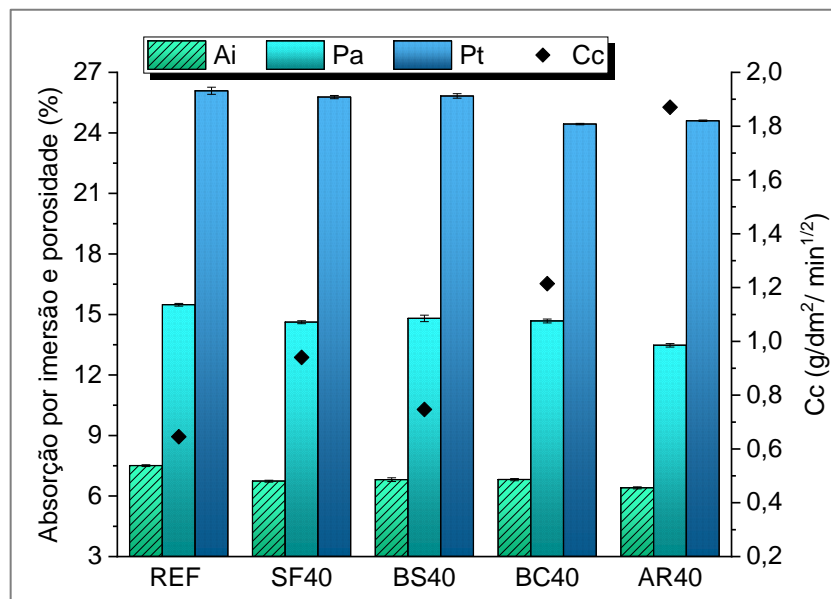


Figura 5.19 - Absorção de água por imersão (Ai), porosidade aberta (Pa), porosidade total (Pt) e coeficiente de capilaridade (Cc) dos microconcretos.

O microconcreto de referência apresentou porosidade total de 26,08% e porosidade aberta de 15,48%. Considerando os resultados médios, a introdução dos rejeitos na composição dos microconcretos promoveu uma leve redução da absorção de água e porosidade, sendo máxima de 14,6% (AR40) na absorção de água e máxima de 6,6% (BC40) na porosidade total. Portanto, de forma geral, a utilização do RMF como adição mineral acarreta uma manutenção ou pequena melhoria na absorção e porosidade de compósitos cimentícios. Associa-se esse resultado à finura dos rejeitos, que ocuparam tanto os macro como os microporos (SHETTIMA *et al.*, 2016). Resultado similar foi observado por Castro

(2018), cujo estudo revela uma tendência de redução de índice de vazios e absorção de água com o aumento do teor de adição de rejeito, que atua no fechamento de poros.

Na amostra AR40, foi verificada uma menor porosidade aberta média, apesar da proximidade da porosidade total, em relação às outras amostras com RMF. Para essa amostra, a porosidade aberta apresentou variação de 13,0% em relação ao microconcreto de referência e máx de 9% em relação às amostras com adição. Além disso, tanto a amostra BC40 como a AR40, apresentaram coeficientes de capilaridade, percentualmente, muito superiores às outras, chegando a ser, para a AR40, quase o dobro que da amostra REF.

A análise ANOVA (Tabela 5.9) apresenta que os resultados obtidos pelas amostras com RMF são estatisticamente diferentes dos obtidos pelo microconcreto de referência para a absorção de água, porosidade e coeficiente de capilaridade. Além disso, entre as amostras com adição também há diferenças significativas em todas as propriedades, indicando que a heterogeneidade é um fator importante. Contudo, destaca-se que, na prática, essas diferenças de valores tendem a não serem significativas na durabilidade dos compósitos.

Tabela 5.9 - Resultado da teste ANOVA para a absorção de água, porosidade aberta e total e coeficiente de capilaridade dos microconcretos.

| Propriedade | Análise | F | valor-P | F crítico | Diferença |
|--------------------|------------------------|----------|------------------------|------------------|------------------|
| Ai | Todas as amostras | 52,55 | 1,66.10 ⁻⁰⁷ | 3,26 | Significativa |
| | Entre amostras com RMF | 9,45 | 3,84.10 ⁻⁰³ | 3,86 | Significativa |
| Pa | Todas as amostras | 38,81 | 8,97.10 ⁻⁰⁷ | 3,26 | Significativa |
| | Entre amostras com RMF | 22,41 | 1,64.10 ⁻⁰⁴ | 3,86 | Significativa |
| Pt | Todas as amostras | 38,32 | 9,62.10 ⁻⁰⁷ | 3,26 | Significativa |
| | Entre amostras com RMF | 4,08 | 4,39.10 ⁻⁰² | 3,86 | Significativa |
| Cc | Todas as amostras | 9,71 | 9,65.10 ⁻⁰⁴ | 3,26 | Significativa |
| | Entre amostras com RMF | 7,35 | 8,59.10 ⁻⁰³ | 3,86 | Significativa |

Ainda que os resultados tenham sido próximos, eles sugerem que podem haver diferenças no tamanho, forma e/ou na distribuição espacial dos poros nos microconcretos endurecidos. Esses aspectos podem ter sido influenciados pelo empacotamento de partículas e pela consistência dos microconcretos no estado fresco. Nesse contexto, pode-se destacar o efeito de dois fatores principais nesses resultados: o efeito filer dos rejeitos (preenchimento de poros de menores dimensões) e a influência da adição na trabalhabilidade dos microconcretos, que afeta o adensamento das camadas (quantidade e distribuição de poros de maiores dimensões). De acordo com Mehta e Monteiro (2008), poros maiores que 3 mm são originados pelo aprisionamento de ar durante o processo de mistura.

Na Figura 5.20 estão ilustradas as seções transversais dos microconcretos submetidos ao ensaio de absorção, destacando-se os poros com o *software* ImageJ. Observa-se que o microconcreto de referência (Figura 5.20 a e b) possui poros de seção mais circulares, com uma uniformidade de distribuição espacial. Para as amostras com adição de RMF, nota-se que os poros se apresentam levemente mais irregulares e com menor uniformidade de distribuição espacial. Além disso, há deformações mais intensas nas bordas, principalmente nas amostras BC40 e AR40, Figura 5.20 (e e f) e (g e h), respectivamente.

A distribuição de diâmetro de poros na seção do corpo de prova, ilustrada na Figura 5.21, indica que, de forma geral, existe um comportamento similar entre todas as amostras. Entretanto, as amostras com adição, principalmente amostras BC40 e AR40, apresentaram alguns poros de maiores dimensões, comparadas à amostra de referência. A amostra BS40, apesar de ter obtido menor índice de consistência, apresentou uma grande concentração de poros de menor diâmetro, o que condiz com seu bom empacotamento de partículas melhor resistência mecânica.

Visando a melhor compreensão dos aspectos relacionados aos poros de menores diâmetros, a mesma análise foi realizada com imagens de MEV em maior escala, conforme ilustra a Figura 5.22. Observa-se que o microconcreto de referência apresenta poros maiores ao longo de quase toda a região, enquanto as matrizes cimentícias das amostras com rejeito se apresentam mais densas, com regiões localizadas de maior porosidade. Portanto, é claro o refinamento e preenchimento de poros causados pela adição dos RMF. Apesar disso, ainda é possível notar a presença de fissuras extensas e ramificadas em todas as amostras. Segundo Metha e Monteiro (2008), fissuras formadas na exsudação podem ser oriundas da sedimentação de partículas sólidas de cimento e de agregado, além da migração ascendente da água, durante o adensamento. Dessa forma, os microconcretos com adição de rejeitos de maior massa específica podem ter esse efeito amplificado.

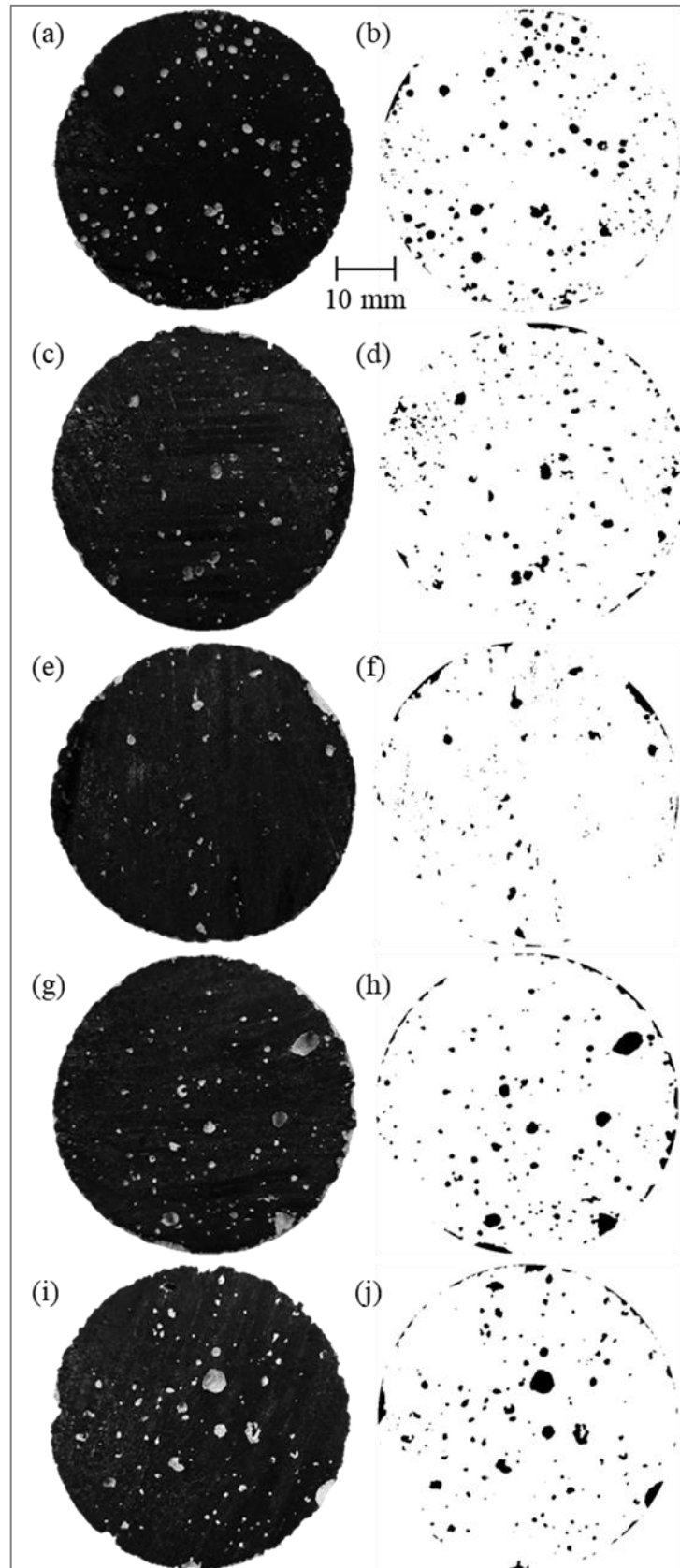


Figura 5.20 - Seção transversal dos corpos de prova (imagem de lupa digital), destacando-se os poros pelo software ImageJ (a e b) REF, (c e d) SF40, (e e f) BS40, (g e h) BC40, (i e j) AR40.

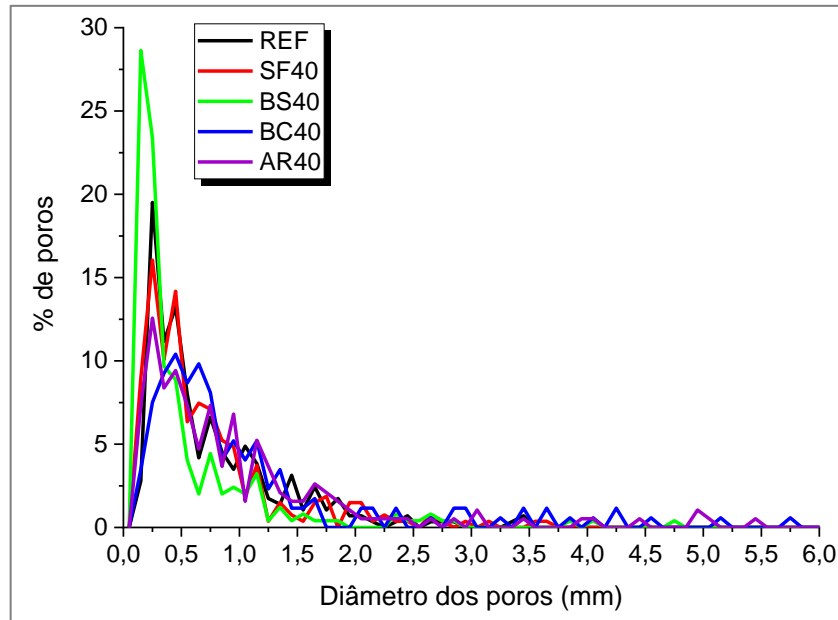


Figura 5.21 - Distribuição de diâmetro de poros da seção transversal dos corpos de prova (imagem de lupa digital)

A Figura 5.23 apresenta os resultados da distribuição de diâmetro de poros, onde a maior concentração de poros menores dos microconcretos AR40 e BC40 justificam o maior coeficiente de capilaridade observado no ensaio de absorção de água. As porosidades medidas por esse método, embora numericamente menores que pelo método do ensaio de absorção, são complementares, demonstrando a pequena redução de porosidade com a introdução do RMF. Contudo, salienta-se que o método utilizado pelo programa é muito sensível ao contraste das imagens para definição dos poros, devendo-se, portanto, considerá-lo como um método limitado e com erros associados. Além disso, por se tratar de uma análise em apenas uma região da amostra, variações nos resultados são esperados, ainda que a definição das seções e regiões sejam consideradas “típicas” do material.

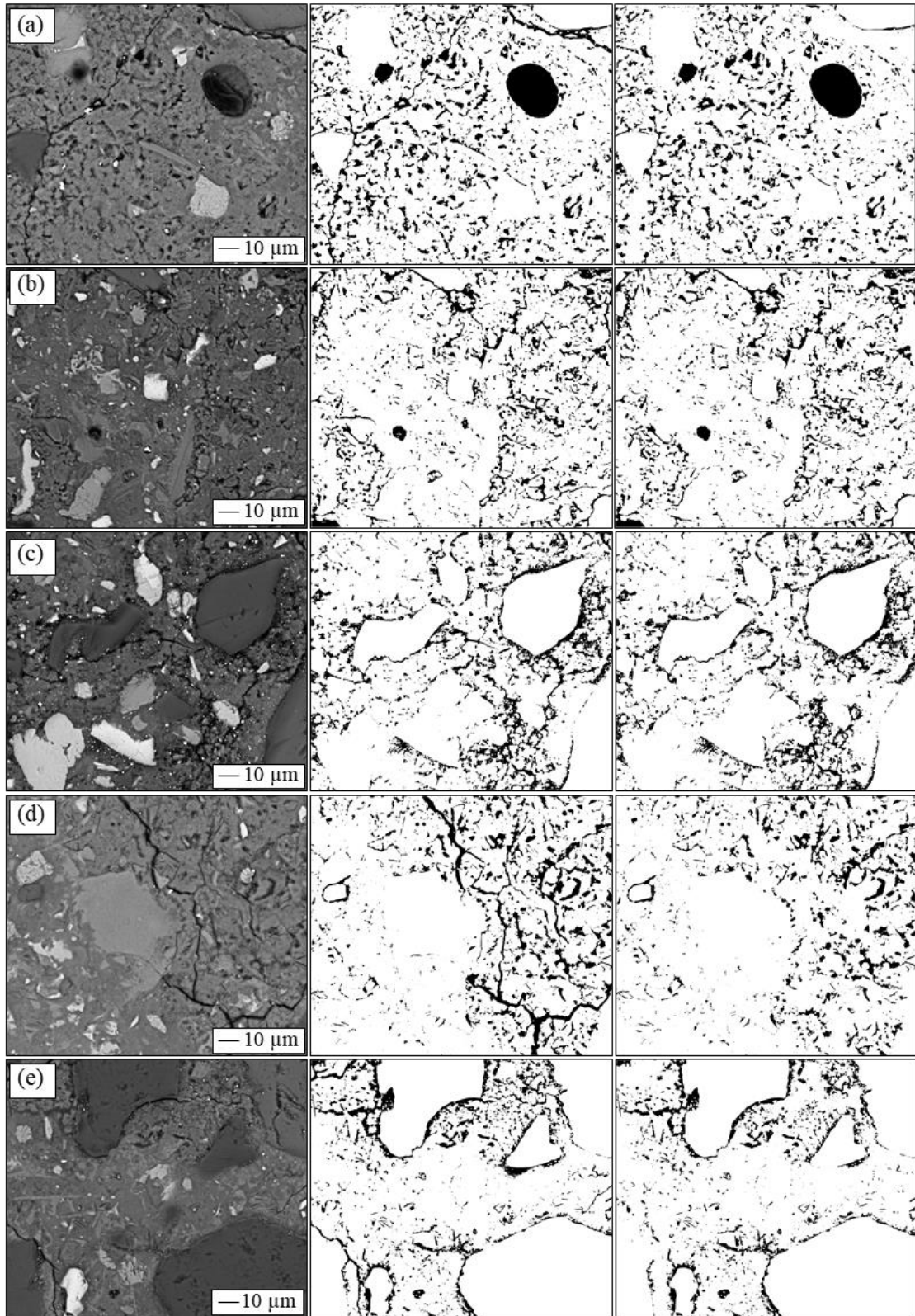


Figura 5.22 - Seção transversal dos microconcretos: imagem de MEV (esquerda), imagem tratada destacando-se os poros e fissuras (centro), imagem tratada sem fissuras (direita) (a) REF, (b) SF40, (c) BS40, (d) BC40, (e) AR40.

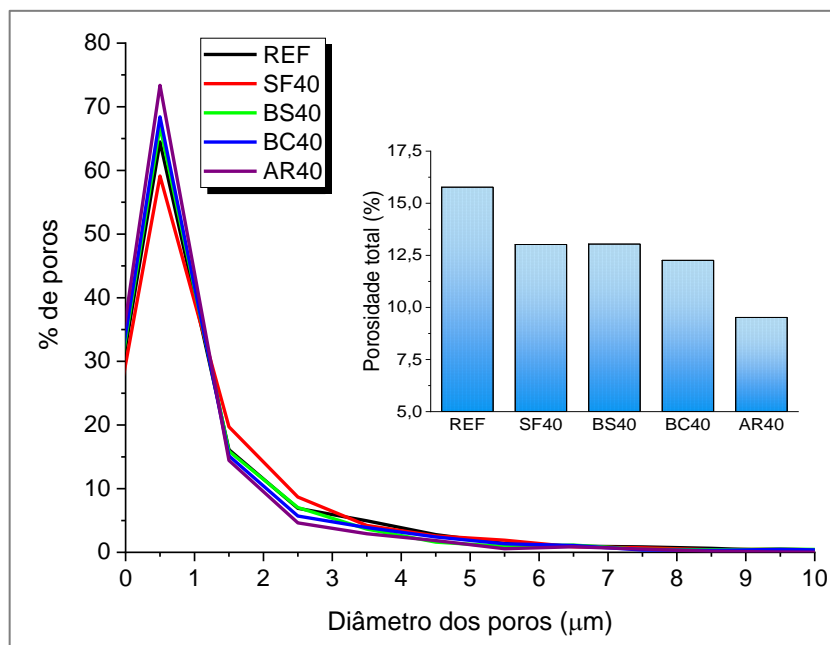


Figura 5.23 - Distribuição de diâmetro de poros e porosidade total da seção dos microconcretos (imagem MEV).

A Figura 5.24 demonstra o comportamento dos microconcretos em relação à absorção de água por capilaridade. Nota-se que os microconcretos SF40 e BS40 resultaram em absorções finais muito próximas ao de referência, com aumento de 6,09% e 5,81%, respectivamente, embora levemente mais aceleradas no período inicial. Para os microconcretos BC40 e AR40, as absorções finais alcançaram valores 45,58% e 109,03% superiores ao REF, respectivamente, e com taxas de absorção também elevadas, como indicado pela inclinação da curva. A taxa de absorção explicita os resultados de coeficiente de capilaridade apresentados na Figura 5.19.

Segundo Sato (1998), o mecanismo de penetração por capilaridade prevalece apenas nas camadas superficiais do corpo de prova, que apresentam poros abertos e conectados. Mesmo estes poros estando conectados até as camadas mais internas, o transporte não ocorre indefinidamente por capilaridade, pois os poros opõem uma resistência ao escoamento de fluídos, determinada fundamentalmente pelas suas dimensões. De maneira geral, poros de menor diâmetro favorecem uma absorção capilar mais rápida pelo concreto, pelo aumento da pressão exercida (MEHTA; MONTEIRO, 2008). As adições minerais, principalmente as mais finas que o cimento, acabam fragmentando a percolação de água na pasta de cimento, o que reduz a exsudação (FURQUIM, 2006) e, conseqüentemente, a capilaridade e absorção de água dos compósitos.

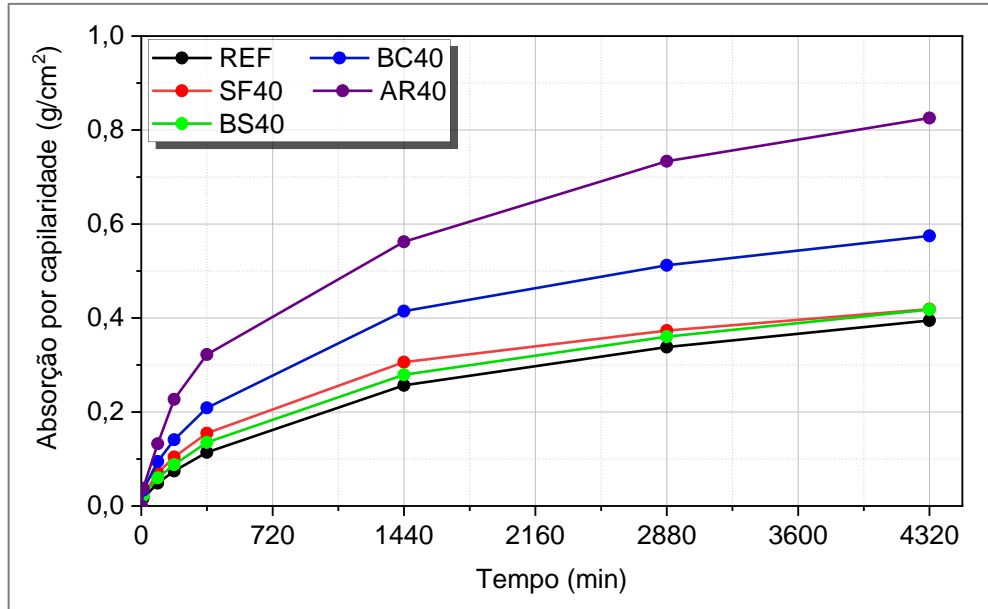


Figura 5.24 - Absorção de água por capilaridade dos microconcretos.

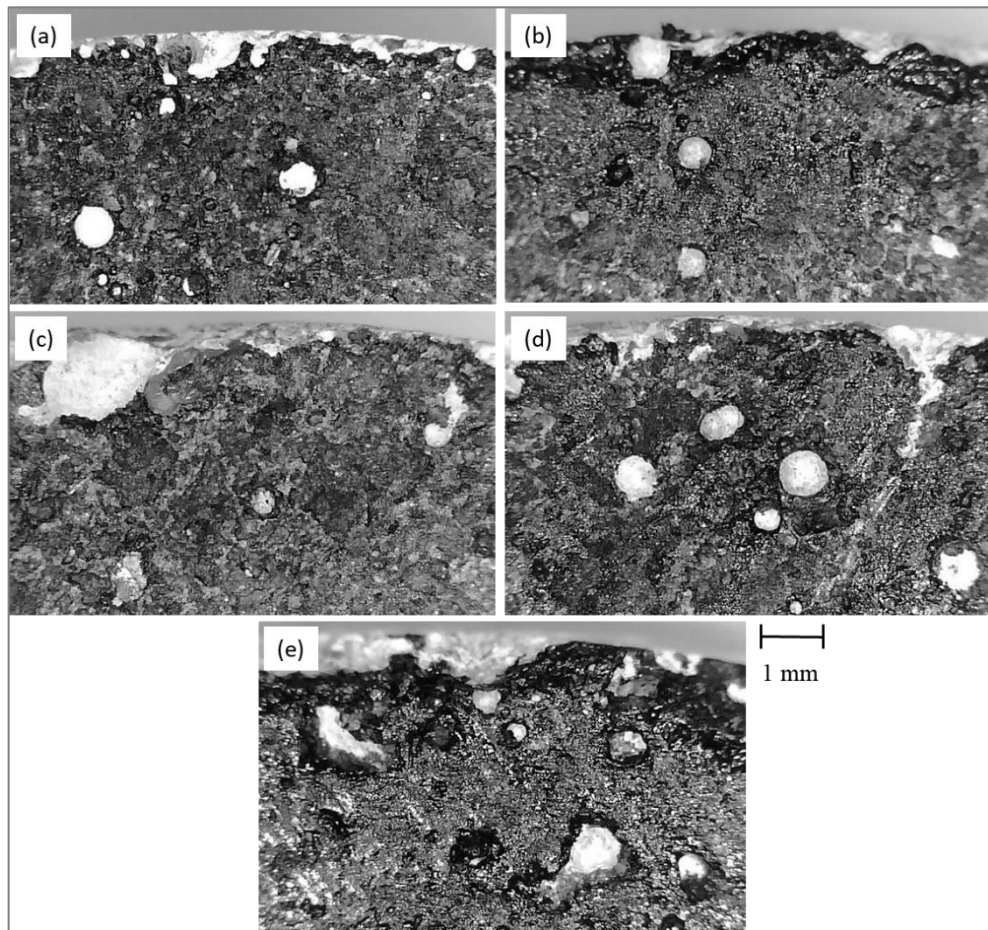


Figura 5.25 - Borda da seção transversal dos corpos de prova submetidos ao ensaio de absorção de água (imagem de lupa digital) (a) REF; (b) SF40; (c) BS40; (d) BC40; (e) AR40.

Diante do exposto, considerando que o ensaio de absorção por capilaridade é realizado com apenas uma camada de água de 5 mm da base do corpo de prova, a influência do adensamento e o efeito parede na moldagem são fatores de grande impacto nos resultados. A Figura 5.25 ilustra as bordas da seção transversal dos corpos de prova utilizados no ensaio, onde é possível observar que os microconcretos com adição possuem “defeitos” na região de contato com moldes, provavelmente, em razão da maior consistência, que reduziu a eficiência do adensamento. Além disso, as amostras BC40 e AR40 apresentaram uma maior concentração de poros próximos à extremidade.

Nota-se que apesar da amostra BS40 ter sofrido a maior perda de consistência, o que levaria à uma maior dificuldade de adensamento e, conseqüentemente, aumentando a macroporosidade, a elevada porosidade e área superficial específica do rejeito reduziu a exsudação da mistura. Dessa forma, a conectividade dos poros de menores dimensões foi reduzida, mantendo-se a absorção por capilaridade próxima ao do microconcreto de referência. O contrário ocorreu com a amostra AR40, que mesmo com menor perda de trabalhabilidade, apresentou exsudação e maior absorção por capilaridade. Portanto, pode-se inferir que, nesse caso, as propriedades físicas do rejeito influenciaram (aumentando) a capilaridade dos microconcretos.

5.3.3 Módulo de elasticidade dinâmico e densidade

Na Figura 5.26 são expostos o módulo de elasticidade dinâmico e a densidade aparente, obtida por meio do ensaio de absorção por imersão, dos microconcretos com e sem adição de RMF. É possível observar que quanto maior a massa específica do rejeito adicionado, maior a massa específica do microconcreto e, conseqüentemente, seu módulo de elasticidade. Salienta-se que, considerando o teor de adição, a elevada massa específica dos rejeitos contribui para o aumento da densidade aparente dos microconcretos, tanto no estado fresco, como no endurecido. Além disso, quanto maior a massa específica do material, maior a velocidade de propagação da onda (LEE *et al.*, 2015). Nesse sentido, a menor massa específica do rejeito AR justifica a menor densidade do microconcreto AR40, em comparação com os outros compósitos com adição.

Segundo Shettima *et al.* (2016), existe uma relação direta entre a resistência à compressão e o módulo de elasticidade. Os resultados desta pesquisa indicam que, de forma geral, o módulo de elasticidade apresenta o mesmo comportamento da resistência à

compressão e com relação direta entre si, conforme ilustra Figura 5.27. Os microconcretos SF40 e BS40, de maior massa específica seca, obtiveram um aumento no módulo de elasticidade médio de 11,67% e 17,97%, respectivamente, em relação ao de referência, enquanto as amostras BC40 e AR40, apresentaram ganhos de 10,55% e 8,22%, respectivamente.

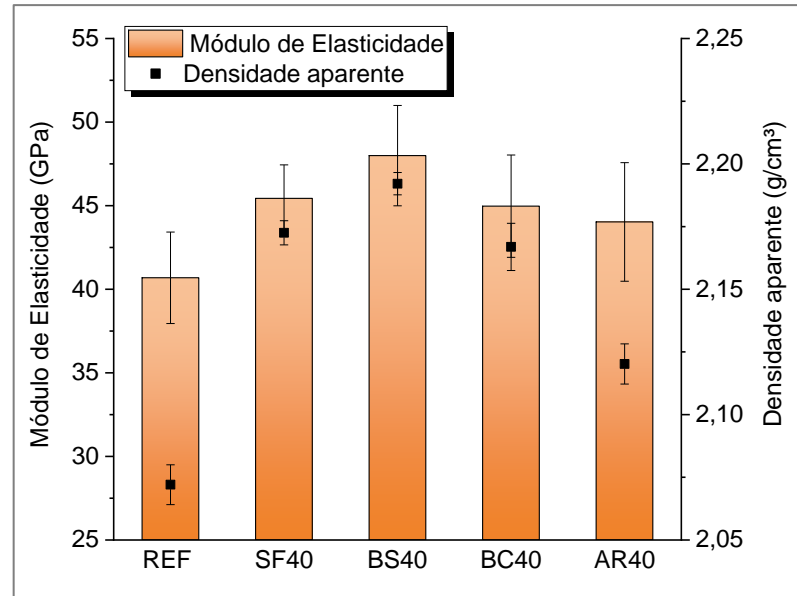


Figura 5.26 - Módulo de elasticidade dinâmico e massa específica seca dos microconcretos.

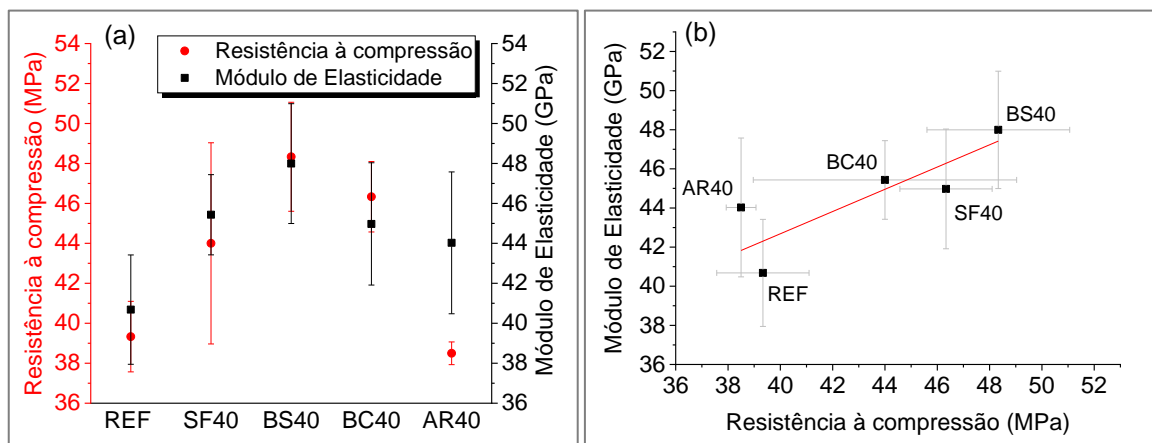


Figura 5.27 - (a) Tendência de comportamento e (b) correlação entre a resistência à compressão e o módulo de elasticidade das amostras.

Entre as amostras com adição de RMF, a variação de resultados é pequena, tendo a heterogeneidade dos rejeitos pouco influenciado na densidade aparente e no módulo de

elasticidade dos microconcretos, conforme o teste ANOVA (Tabela 5.10Tabela 5.11). A incorporação dos RMF's apenas promoveu aumento significativo de densidade.

Tabela 5.10 - Resultado do teste ANOVA para o módulo de elasticidade e densidade aparente dos microconcretos.

| | Análise | F | valor-P | F crítico | Diferença |
|---------------------|-------------------------------|----------|----------------|------------------|-------------------|
| Módulo | Todas as amostras | 0,82 | 0,52 | 2,54 | Não significativa |
| Elasticidade | Entre amostras com RMF | 0,33 | 0,80 | 2,82 | Não significativa |
| Densidade | Todas as amostras | 6,56 | 0,01 | 3,47 | Significativa |
| aparente | Entre amostras com RMF | 3,77 | 0,05 | 4,06 | Não significativa |

Além das propriedades físicas dos materiais, a porosidade dos microconcretos e a distribuição dos poros na estrutura são fatores importantes na determinação do módulo de elasticidade. A introdução dos rejeitos levou à formação de uma matriz mais densa, com uma maior quantidade de poros finos, o que contribuiu para o ganho de rigidez em relação ao microconcreto de referência. Esse resultado também foi observado por Carrasco *et al.* (2017), cujo estudo indicou a redução de diâmetro e isolamento dos poros promovido pelos finos do RMF em substituição à areia. Dessa forma, há um efeito de melhor empacotamento de partículas com consequente ganho de propriedades mecânicas.

A velocidade de propagação de uma onda ultrassônica em um material sólido depende de diversos fatores, como tipo e grau de adensamento, geometria dos corpos de prova, grau de saturação do concreto e outros, de tal forma que ainda é grande a dispersão dos resultados (PACHECO *et al.*, 2014). Nota-se que, em todos os casos, há grande variação dos resultados, o que está associado, provavelmente, à dificuldade de adensamento dos microconcretos.

5.3.4 Resistividade elétrica

A resistividade elétrica é um parâmetro que pode ser avaliado quanto à durabilidade de concretos e está associada às propriedades microestruturais do material, como a porosidade, e à condutividade da solução dos poros (HORNBOSTEL *et al.*, 2013; RAMEZANIANPOUR *et al.*, 2011). Os resultados da resistividade elétrica para os microconcretos estudados são apresentados na Figura 5.28.

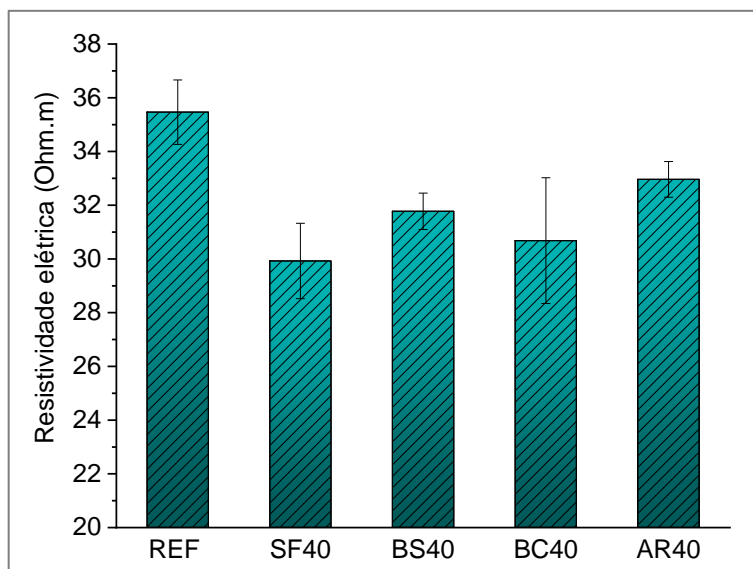


Figura 5.28 - Resistividade elétrica dos microconcretos.

Existe um consenso na literatura de que a resistividade elétrica e o ambiente corrosivo no concreto armado têm uma relação inversa (AZARSA e GUPTA, 2017). Whiting e Nagi (2003) apresentam as faixas de potencial de corrosão para concreto conforme a resistividade elétrica, sendo muito alto para valores abaixo de 50 Ωm , alto para valores entre 50 e 100 Ωm , moderada a baixa para 100 a 200 Ωm e baixa para valores acima de 200 Ωm . Observa-se que todos os compósitos, desta pesquisa, obtiveram resistividades entre 29 Ωm e 36 Ωm . Nessa classificação, os microconcretos se enquadrariam na faixa de muito alto potencial de corrosão de armaduras. Todavia, conforme reportado por Hou *et al.* (2017), essa propriedade é muito influenciada pelos agregados graúdos, que podem apresentar resistividade muito elevada e, geralmente, de maior grandeza que a da pasta de cimento. Os autores obtiveram uma resistividade de 33 Ωm para argamassa de composição 1:1 e a/c 0,40, valor próximo aos obtidos nesta pesquisa. Assim, por se tratar de argamassa estrutural, sem agregados graúdos, esperam-se valores menores de resistividade elétrica.

Tanto os agregados finos como os graúdos introduzem tortuosidades ou obstáculos à passagem de eletricidade. Dessa forma, a matriz cimentícia é a rota de menor resistividade elétrica, devido à estrutura porosa do gel C-S-H e a solução de poros dentro dele (HOU *et al.*, 2017). Segundo Medeiros Júnior e Lima (2016) e Ramezani pour *et al.* (2011), materiais cimentícios suplementares como cinza volante, sílica ativa e escória de alto forno podem reduzir o tamanho de poros da pasta de cimento, restringir a condução elétrica através da solução dos poros e produzir um concreto com maior resistividade. À vista disso,

considerando que os microconcretos estudados possuem a mesma composição de agregados entre si, a densificação da matriz levaria a um aumento da resistividade elétrica. Entretanto, apesar da leve redução de porosidade dos microconcretos provocada pela adição de RMF, foi observado um decréscimo na resistividade elétrica média dos compósitos. Deste modo, outros fatores influenciaram essa propriedade de forma mais importante.

Entre as amostras com rejeito, a variação desta propriedade foi de no máximo 10% (entre SF40 e AR40), tendo a heterogeneidade dos rejeitos pouca influência na resistividade elétrica do compósito. Isso é confirmado pela análise de variância, apresentada na Tabela 5.11. Entre as amostras com adição de rejeito e a amostra de referência, as diferenças de resultado também não foram significativas. Contudo, devido à alta sensibilidade do ensaio a diferentes fatores, destacada pelos desvios padrão elevados na Figura 5.28, as diferenças entre os valores médios foram mais analisados.

Tabela 5.11 - Resultado do teste ANOVA para a resistividade elétrica dos microconcretos.

| Análise | F | valor-P | F crítico | Diferença |
|--------------------------|------|---------|-----------|-------------------|
| Todas as amostras | 2,41 | 0,06 | 2,61 | Não significativa |
| Amostras com RMF | 0,84 | 0,48 | 2,90 | Não significativa |

Segundo Azarsa e Gupta (2017), a redução do fator a/c aumenta a condutividade da solução dos poros devido ao aumento da concentração iônica da solução. A redução da resistividade elétrica com o aumento do fator a/c também foi observada por Medeiros Júnior e Lima (2016), sendo esse efeito justificado pela maior condutividade da solução dos poros e formação de uma estrutura mais porosa do material. Portanto, a redução do fator a/c efetivo nos microconcretos com adição, devido ao aumento de volume de sólidos, pode ter sido um dos motivos da redução de resistividade nessas amostras.

Conforme destacado por Ramezani pour *et al.*, (2011), a condutividade do concreto é predominantemente governada pela composição química da solução dos poros. O concreto possui substâncias que garantem uma caráter alcalino à fase aquosa como $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH e KOH , sendo a concentração de hidroxila (OH^-) a maior responsável por sua basicidade (TUUTTI, 1982). Além do controle do pH, soluções com elevadas concentrações de íons OH^- possuem uma elevada condutividade elétrica (RAMEZANIANPOUR *et al.*, 2011). Por outro lado, segundo Kulakowski (2002), a quantidade e as características da solução dependem da relação a/c , do tipo e da composição do cimento, da presença e da composição das adições minerais, além de outros fatores. Assim, a alteração da composição química nas

misturas dos microconcretos pela introdução de RMF, que contêm esses óxidos, embora em pequena quantidade, pode ter afetado o pH da solução dos poros e, conseqüentemente, sua condutividade elétrica.

Destaca-se ainda que a presença de óxidos de ferro nos rejeitos, como a hematita e a magnetita, pode aumentar a condutividade do microconcreto, devido às propriedades elétricas dos minerais. Martini *et al.* (2016) estudaram amostras rejeitos minério de ferro oriundo de minério do quadrilátero ferrífero, observando que os materiais, quando em suspensão, podem apresentar condutividade elétrica da ordem de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$, enquanto a água potável tem condutividade em torno de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

5.3.5 Carbonatação Acelerada

A profundidade de carbonatação dos microconcretos após os 85 dias em câmara com concentração de CO_2 é exibida na Figura 5.29 e, na Figura 5.30, é ilustrada a aparência dos corpos de prova após a aspersão da solução de fenolftaleína. De acordo com os resultados, é possível perceber que a adição dos rejeitos promoveu uma redução da carbonatação dos microconcretos.

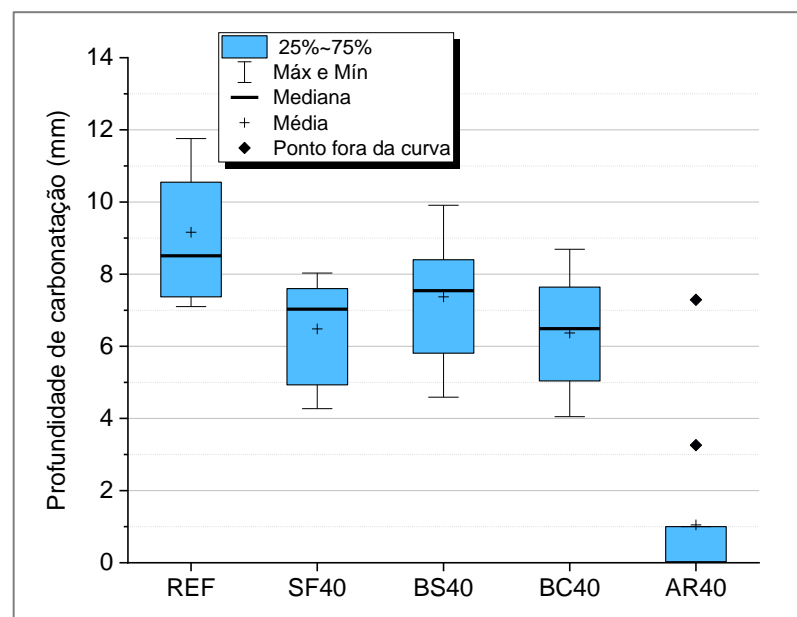


Figura 5.29 - Profundidade de carbonatação dos microconcretos.

Avaliando-se os valores medianos, mais representativos do ensaio, tem-se que o microconcreto de referência obteve carbonatação de 8,51 mm, enquanto os microconcretos

com RMF obtiveram uma redução deste valor, mínima de 17,40% (SF40) e, para a amostra AR40, verificou-se carbonatação praticamente nula. Essa redução pode ser justificada pela menor porosidade e refinamento dos poros das amostras com adição, principalmente da AR40. Entre as outras amostras com rejeito (SF40, BS40 e BC40), não houve variação significativa dos resultados, o que indica que a heterogeneidade tende a não ser um fator de grande impacto nessa propriedade.

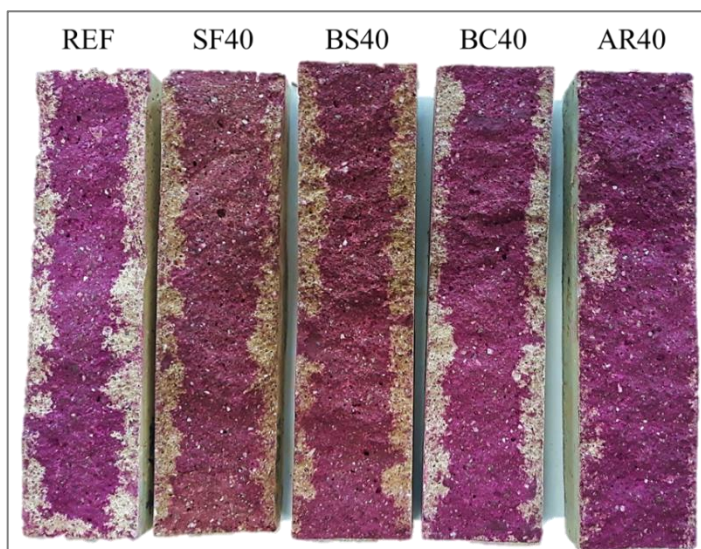


Figura 5.30 - Fotos dos corpos de prova carbonatados após aspersão da solução de fenolftaleína.

Estatisticamente, as amostras com adição de rejeito e a amostra de referência apresentam diferenças significativas, contudo, a análise de variância indica que isso se deve, principalmente, ao microconcreto AR40. Essa amostra apresentou uma maior discrepância de valores, culminando neste resultado. Comparando os outros compósitos com RMF (SF40, BS40 e BC40), observa-se que as diferenças entre eles não é significativa. Portanto, a heterogeneidade dos rejeitos pode ser um fator importante na profundidade de carbonatação de compósitos cimentícios, a depender das propriedades do material.

Tabela 5.12 - Resultado do teste ANOVA para a profundidade de carbonatação dos microconcretos.

| Análise | <i>F</i> | <i>valor-P</i> | <i>F crítico</i> | <i>Diferença</i> |
|---|----------|----------------|------------------|-------------------|
| Todas as amostras | 33,73 | 0,00 | 2,56 | Sifgnificativa |
| Entre amostras com RMF | 30,70 | 0,00 | 2,84 | Sifgnificativa |
| Entre amostras SF40, BS40 e BC40 | 1,494818 | 0,240523 | 3,31583 | Não significativa |

No ambiente altamente alcalino da solução de poros de concreto, o aço é protegido contra a corrosão por uma fina camada de óxidos de ferro (filme passivo). No entanto, esse filme passivo não é estável na presença de uma quantidade suficiente de cloretos ou quando o concreto ao redor do aço é carbonatado (HORNBOSTEL *et al.*, 2013). Assim, sob o aspecto da possibilidade de corrosão de armaduras, os microconcretos com adição de RMF apresentaram um bom comportamento, indicando melhor durabilidade em relação ao microconcreto de referência. De forma geral, todas as amostras possuem valores de profundidade carbonatada abaixo do cobrimento mínimo (20 mm) estabelecido pela norma NBR 6118 (ABNT, 2014), para elementos de concreto armado em classe de agressividade I.

Resultados similares foram observados por Shettima *et al.* (2016) e Tian *et al.* (2016), ambas as pesquisas utilizando o RMF como substituição ao agregado miúdo, que promoveu uma densificação da estrutura do compósito. Contudo, Tian *et al.* (2016) destacam que a velocidade de carbonatação em idades mais avançadas nos compósitos contendo rejeito era maior. Segundo o estudo de Pires (2016), o comportamento do avanço da frente de carbonatação de concretos com diferentes adições minerais pode ser variado. Nesse sentido, a profundidade e velocidade de carbonatação dependem de diversos fatores intrínsecos ao concreto, não somente da rede de poros, que se refere à mecanismos de difusão do CO₂, como também da reserva alcalina da fase líquida, de acordo com a composição química dos materiais (KULAKOWSKI, 2002).

À vista disso, buscando complementar a análise da carbonatação acelerada, a Figura 5.31 apresenta o estudo do desenvolvimento do pH em diferentes profundidades do corpo de prova, antes e após a carbonatação. Previamente à carbonatação acelerada, os pHs das amostras ficaram entre 11,81 e 12,25, o que está de acordo com a literatura para compósitos cimentícios (MCPOLIN *et al.*, 2009; PU *et al.*, 2012). Kuranchie *et al.* (2015) avaliaram o pH da solução dos poros de forma similar à desta pesquisa, obtendo o valor de 12,2 para concretos com substituição da areia por RMF. Nessa condição, não foi possível estabelecer uma tendência de resultado, uma vez que as amostras apresentaram comportamento muito variado em relação às regiões.

Nota-se que, para as regiões internas (RIC e RII), a maioria das amostras com adição de RMF apresentou pH superior à de referência, entretanto, para a região externa (RE), isso não ocorreu. Esperava-se que os maiores valores de pH fossem obtidos pela região mais interna dos corpos de prova (RIC), o que não foi observado para algumas amostras (REF,

BS40 e BC40). Possivelmente, isso se deve à sensibilidade do ensaio, tendo sido observada uma dificuldade de estabilização da medida pelo pHmetro.

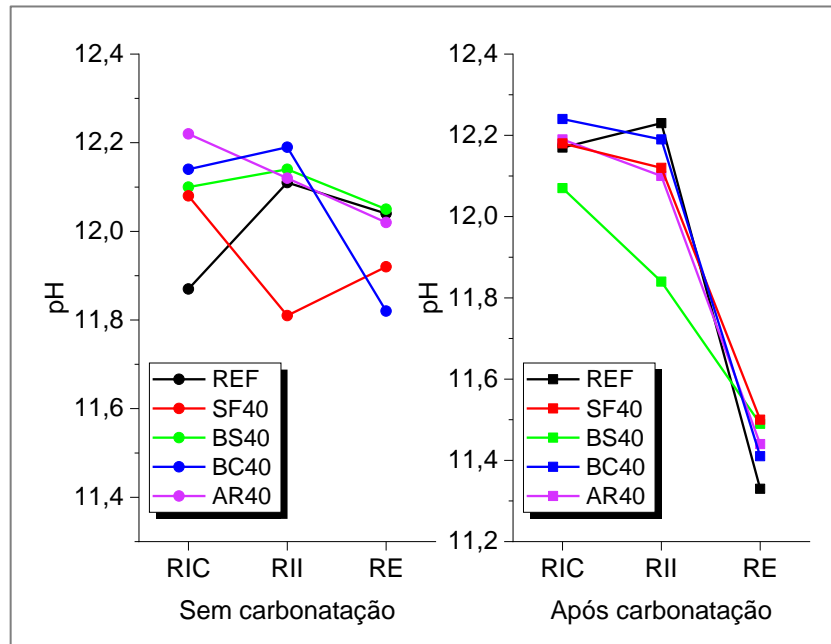


Figura 5.31 - Desenvolvimento do pH da solução dos poros dos microconcretos antes e após carbonatação - RIC: região interna central; RII: região interna intermediária; RE: região externa.

Após a carbonatação, de forma geral, existe a tendência de redução do pH da região mais interna para a mais externa. Os resultados sugerem que, para os microconcretos com RMF, na região externa, o pH tende a ser superior ao do microconcreto de referência, o que é consistente com o resultado do ensaio com solução de fenolftaleína. Assim, a redução da porosidade e, conseqüentemente, da introdução de CO_2 , diminuindo a carbonatação nas amostras, foi um aspecto importante para esse resultado. E, para as regiões internas, o pH das amostras com adição se mostrou próximo ou inferior ao da amostra REF. Dessa forma, as propriedades dessas adições minerais podem ter tido um impacto mais importante do que a redução da porosidade para essa propriedade. Segundo o estudo de Bezerra (2017), o pH de rejeitos de minério de ferro é de em torno de 7,6, o que pode contribuir para redução da alcalinidade do material. Apesar disso, avaliando-se por esse método, as diferenças de pH em comparação com a amostra de referência não foram consideradas muito significativas.

Ainda pós carbonatação, considerando as regiões RII e RIC, observa-se que todas as amostras obtiveram pH igual ou levemente superior ao medido antes da carbonatação. Além disso, a amostra de referência apresentou pH da região RII superior à da região RIC. Destaca-

se, no entanto, que a região RII, à aproximadamente 1 cm da borda, está contida na faixa alcalina para todos os microconcretos, conforme resultado do método da fenolftaleína. Portanto, era previsível que, tanto nessa região quanto na região RIC, os valores de pH aferidos com pHmetro estivessem acima da faixa de viragem da solução de fenolftaleína. Nesse sentido, para a região RE, claramente carbonatada, valores de pH abaixo de 8,4 - 9,8 eram esperados. Porém, isso não foi observado, tendo a solução dos poros de todos os microconcretos resultado em pHs próximos a 11,4. O mesmo ocorreu no estudo de McPolin *et al.* (2009), que justificaram que o método de avaliação do pH de compósitos por suspensão pode apresentar valores maiores que métodos utilizando a solução dos poros extraída por pressão. Isso se deve à maior concentração de OH^- advindo de partículas de cimento não hidratadas, que podem ter sido levadas à suspensão quando a argamassa foi transformada em pó. Além disso, de acordo com McPolin *et al.* (2009), a fenolftaleína indica o pH na região de 8,4 a 9,8, sem ser um método preciso de medida da propriedade. Segundo os autores, essa faixa de viragem é válida para a substância em soluções e, como a leitura é feita no concreto sólido, esse critério não é necessariamente aplicável. E ainda complementam que, quando a portlandita é completamente carbonatada, não é garantido que o pH caia para valores menores que 9,8, devido a presença de outros álcalis, como os óxidos de sódio e potássio. Logo, mesmo com a carbonatação, o pH do material pode ficar acima do identificado pelo ensaio de fenolftaleína.

5.3.6 Microestrutura

As microestruturas dos microconcretos são apresentadas nas Figura 5.32 a Figura 5.36. Segundo Scrivener (2004), a deposição das fases na microestrutura da pasta se dá de maneira distinta: enquanto o CH precipita nas regiões de poros, o gel C-S-H se deposita principalmente ao redor das partículas de cimento. Na amostra de referência (Figura 5.32) nota-se uma matriz cimentícia densa, com poucos poros e a presença de muitas partículas de cimento não hidratadas de dimensões de até 36 μm . A portlandita se encontra bem distribuída na matriz e, em geral, distante das partículas anidras.

Nas amostras com adição de rejeito (Figura 5.33 a Figura 5.36) é possível observar a presença de algumas fissuras e poros. Contudo, as partículas de rejeito aparentam possuir uma boa aderência com a pasta de cimento. Mesmo para o microconcreto SF40, que possui uma matriz com mais poros que as outras nas imagens analisadas, as partículas de rejeitos

se aderiram bem à pasta de cimento. Essa boa ligação é observada principalmente na amostra AR40, onde mesmo o rejeito AR possuindo a superfície mais lisa e menor ASE, se vê menor acúmulo de poros nas bordas das partículas. Portanto, a aderência do RMF com a matriz parece não ser afetada de forma significativa pelas características físicas (granulometria, área superficial específica e porosidade) do material, uma vez que os rejeitos SF e AR possuem grande diferença nessas propriedades. Esse resultado difere razoavelmente de Han *et al.* (2017), que identificaram que o rejeito de minério de ferro possui superfície lisa e, no caso de partículas maiores, pode existir uma ligação pobre com a matriz, podendo ser um ponto de baixa resistência às cargas.

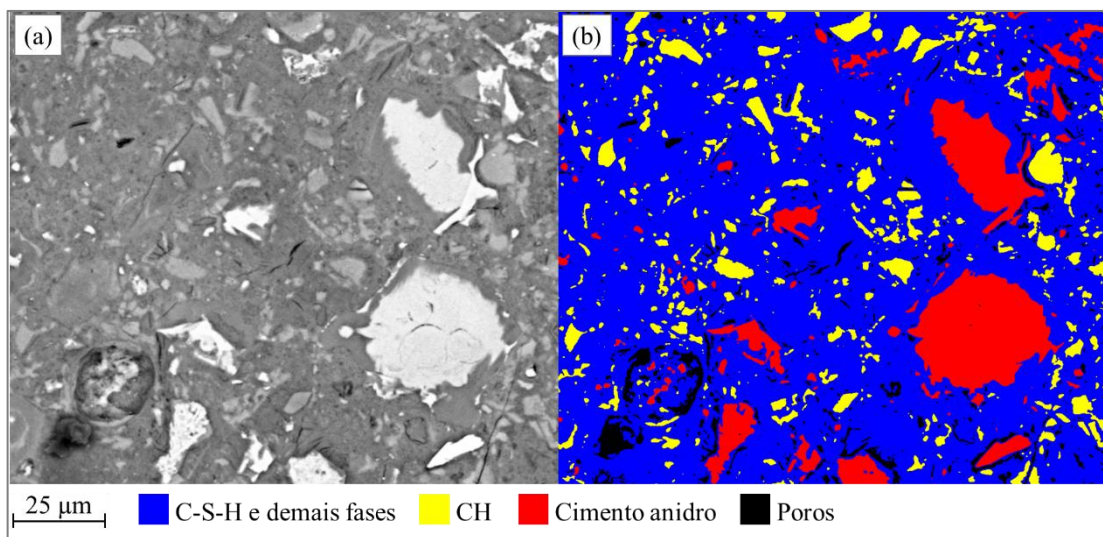


Figura 5.32 - Separação de fases da amostra REF (a) imagem original (b) identificação das fases.

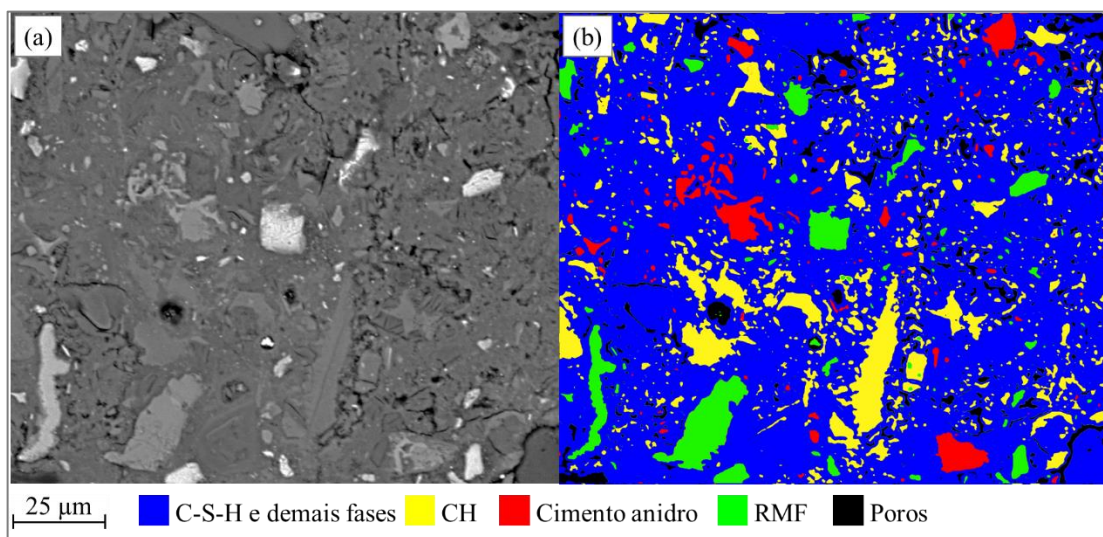


Figura 5.33 - Separação de fases da amostra SF40 (a) imagem original (b) identificação das fases.

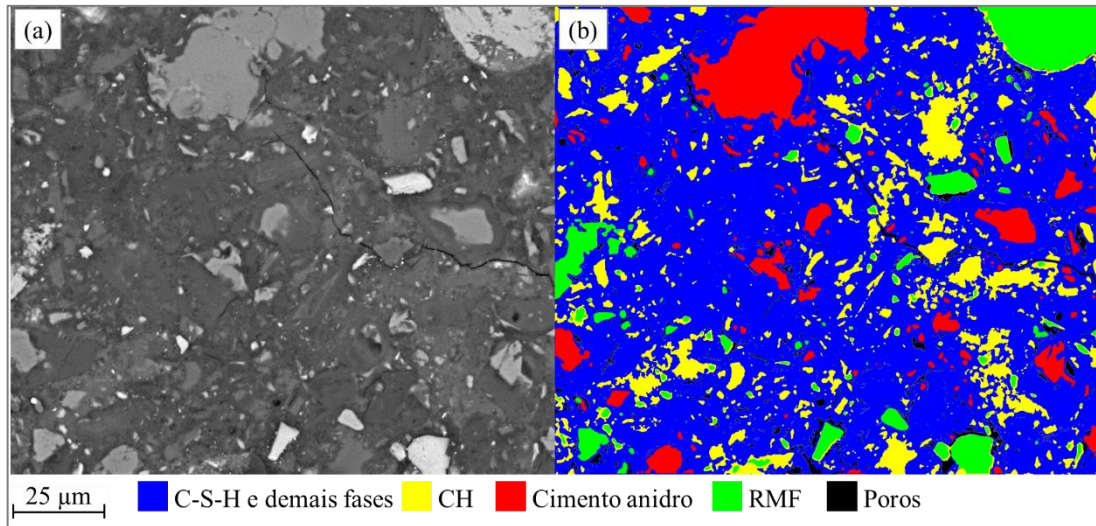


Figura 5.34 - Separação de fases da amostra BS40 (a) imagem original (b) identificação das fases.

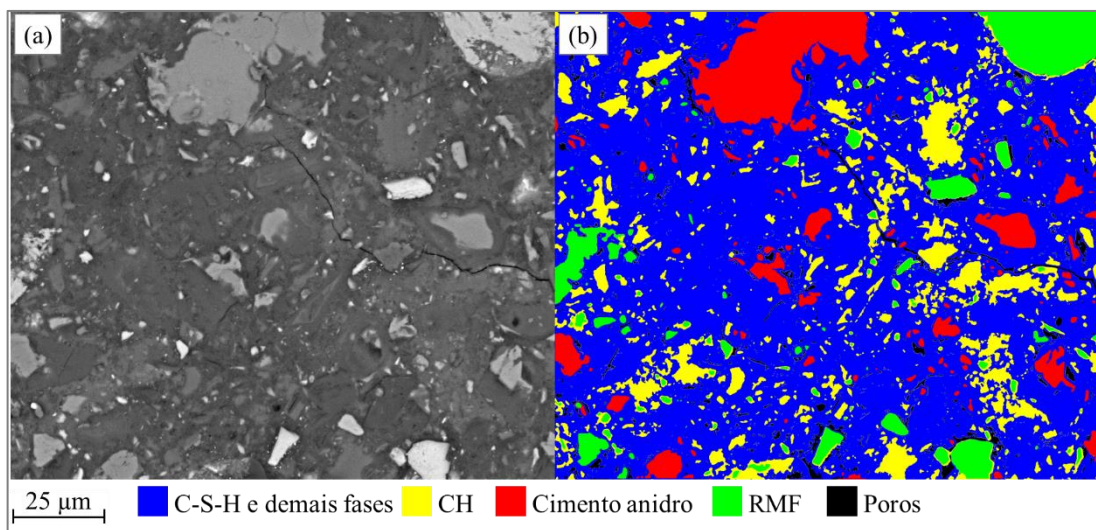


Figura 5.35 - Separação de fases da amostra BC40 (a) imagem original (b) identificação das fases.

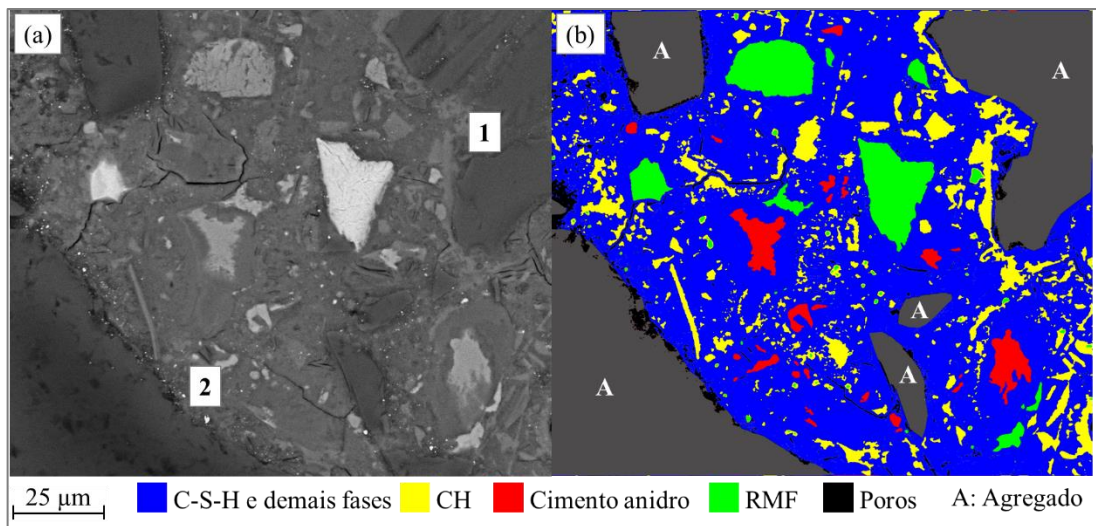


Figura 5.36 - Separação de fases da amostra AR40 (a) imagem original (b) identificação das fases.

Segundo Lawrence *et al.* (2003), quando se incorporam partículas de dimensões da ordem de micrômetros às misturas cimentícias, estas funcionam como sítios de nucleação que favorecem a hidratação do cimento, podendo otimizar as propriedades na zona de transição. O crescimento dos cristais ocorre, então, não somente a partir das partículas de cimento, mas também nos poros ocupados pelo material filler, gerando um grande número de pequenos cristais, ao invés de poucos cristais de grande tamanho (DAL MOLIN, 1995). Nesse sentido, de forma geral, pela análise de composição de fases, pode-se dizer que a adição de RMF nos microconcretos provocou uma alteração no processo de hidratação. Com excessão da amostra BS40, as amostras com rejeito indicaram uma redução da quantidade e do tamanho das partículas de cimento não hidratado (CNH). Esse resultado sugere que a adição do rejeito pode aumentar a nucleação de compostos hidratados e, conseqüentemente, melhorar as propriedades mecânicas e de durabilidade do compósito. Contudo, mais imagens em diferentes regiões da amostra devem ser analisadas para uma afirmação mais precisa.

No estudo de Bezerra (2017), avaliando as curvas do fluxo de calor, obtidas pelo ensaio de calorimetria isotérmica, durante o processo de hidratação da pasta de cimento contendo RMF, concluiu-se que a adição de RMF forneceu pontos de nucleação na pasta que aceleraram suavemente a hidratação do C_3S . Castro (2018) analisou imagens da microestrutura geradas por elétrons retroespalhados e observou que a adição de RMF nas pastas de cimento levou à uma redução de até 3 vezes no tamanho dos cristais de etringita e de CH.

No caso da amostra BS40, além de apresentar ainda grandes partículas de cimento não hidratadas, os resultados apontam que houve muita formação de CH próximo às partículas de rejeito e que a interface do RMF com a matriz é uma região mais porosa comparada com as outras amostras. Dessa forma, as propriedades físicas do rejeito impactaram fortemente na demanda de água, conforme visto no ensaio de índice de consistência, o que foi prejudicial no processo de hidratação do cimento. Entretanto, destaca-se que as propriedades mecânicas do rejeito foram aspectos que não influenciaram o processo de hidratação do cimento, mas impactaram a resistência final do compósito, contribuindo para que esta fosse a amostra de maior resistência à compressão.

A formação de CH na região adjacente às partículas de rejeito, na amostra BS40, podem indicar que o rejeito acumulou água na sua superfície favorecendo a formação desse composto, conforme mencionado por Shettima *et al.* (2018) e Zhao *et al.* (2014), devido sua

elevada porosidade e ASE. Isso não foi observado na amostra SF40, de também elevada porosidade e ASE, provavelmente, devido sua menor granulometria.

De forma geral, as amostras com adição de RMF apresentaram maior formação de CH. Na amostra AR40, devido a presença de agregados na imagem, é possível notar a diferença de formação de compostos na interface entre a matriz e dois agregados, conforme pontos destacados na Figura 5.36 (a). No ponto 1 há uma maior concentração de CH e no ponto 2, uma menor concentração. Isso se deve à posição da amostra em relação ao sentido do adensamento, que se deu, aproximadamente, do ponto 1 para o ponto 2. Dessa forma, durante o adensamento e o processo de hidratação, a saída de água do ponto 2 é facilitada, por ser a região superior do agregado, enquanto no ponto 1 ocorre o efeito parede. Assim, podem existir diferentes zonas de transição, com diferentes propriedades.

A ZTI entre a pasta de cimento e os agregados é a interface mais importante do concreto, pois suas propriedades físicas e mecânicas são bem diferentes das da matriz. Entretanto, devido aos processos que levam à sua formação, a ZTI não tem limites claramente definidos, mas é heterogênea na mesma escala das partículas de cimento (SCRIVENER *et al.*, 2004). Portanto, pode-se considerar que a composição química na zona de transição é muito variável, enquanto que no agregado e na região densa da matriz é relativamente estável, comparativamente. Dessa forma, as Figura 5.38 a Figura 5.41 apresentam um mapeamento químico em linha de uma região incluindo agregado, ZTI e matriz densa das amostras, visando estimar a espessura da ZTI. Nessa análise, considerou-se como início da ZTI o ponto de interseção entre o silício e o cálcio, uma vez que o agregado é rico em Si e a matriz é rica em Ca, e o final da ZTI como o ponto aproximado de estabilização de valores de ambos os elementos. Destaca-se que os rejeitos são materiais com elevado teor de ferro e, ainda que exista Si em sua composição, o SiO₂ está presente em elevada cristalinidade, não influenciando a composição do gel C-S-H.

De acordo com os resultados, a amostra de referência apresentou espessura aproximada da ZTI de 20 µm, a amostra SF40 de 14 µm, a amostra BS40 de 15 µm, a amostra BC40 de 18 µm e a amostra AR40 de 16 µm. Não há dúvidas de que essa região afeta a resistência mecânica do compósito (HUSSIN & Poole, 2011; SCRIVENER *et al.*, 2004; ZHAO *et al.*, 2014), entretanto, a correlação entre essas propriedades é difícil de ser estabelecida precisamente. Comparando esses resultados com a resistência à compressão, nota-se que as amostras de maior e menor resistência (BS40 e AR40, respectivamente) não foram a de menor e maior espessura da zona de transição. Dessa forma, pelos resultados, é

possível apenas inferir que as zonas de transição possuem valores próximos e que não há influência importante na região devido a heterogeneidade dos rejeitos.

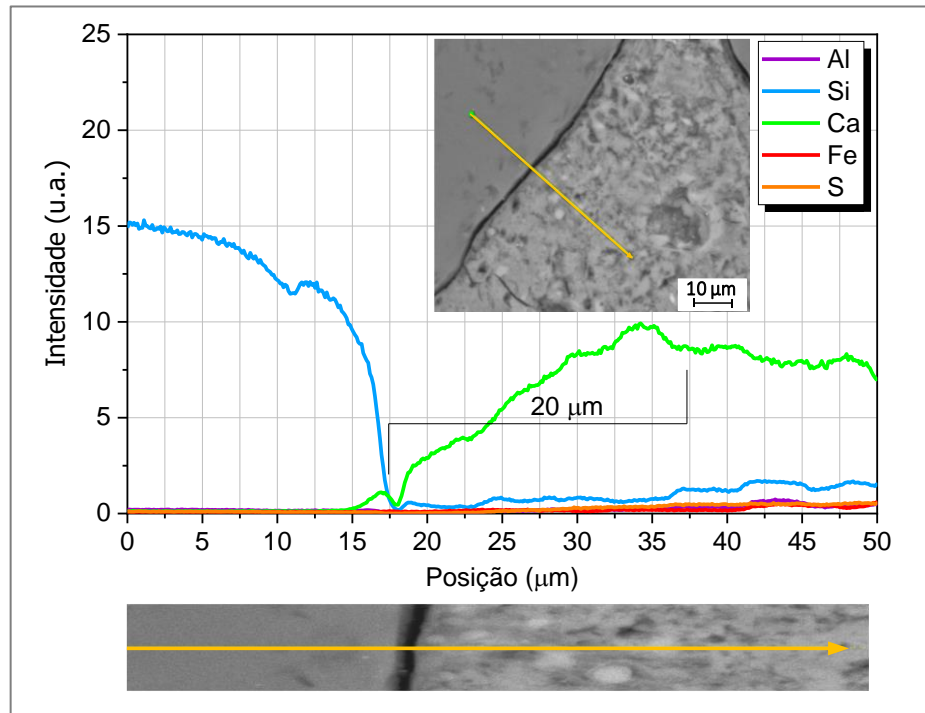


Figura 5.37 - EDS em linha da amostra REF.

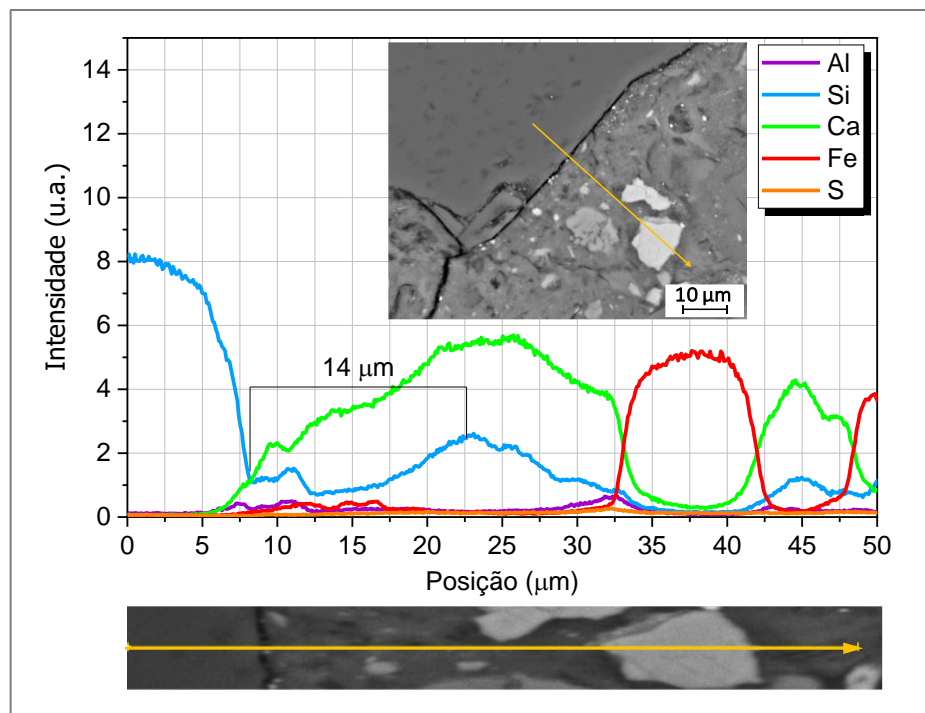


Figura 5.38 - EDS em linha da amostra SF40.

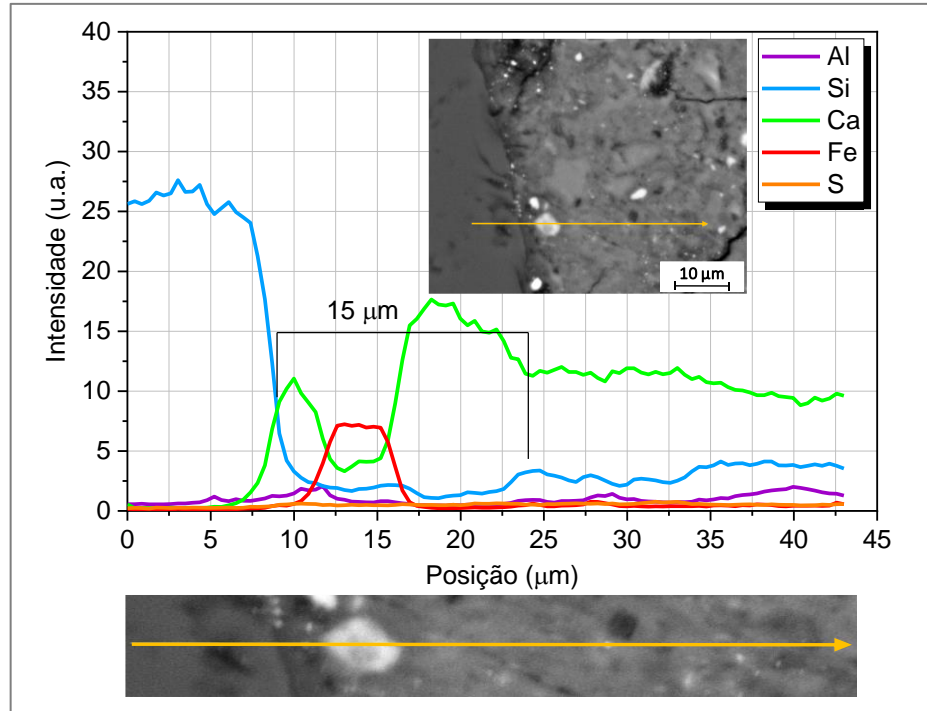


Figura 5.39 - EDS em linha da amostra BS40.

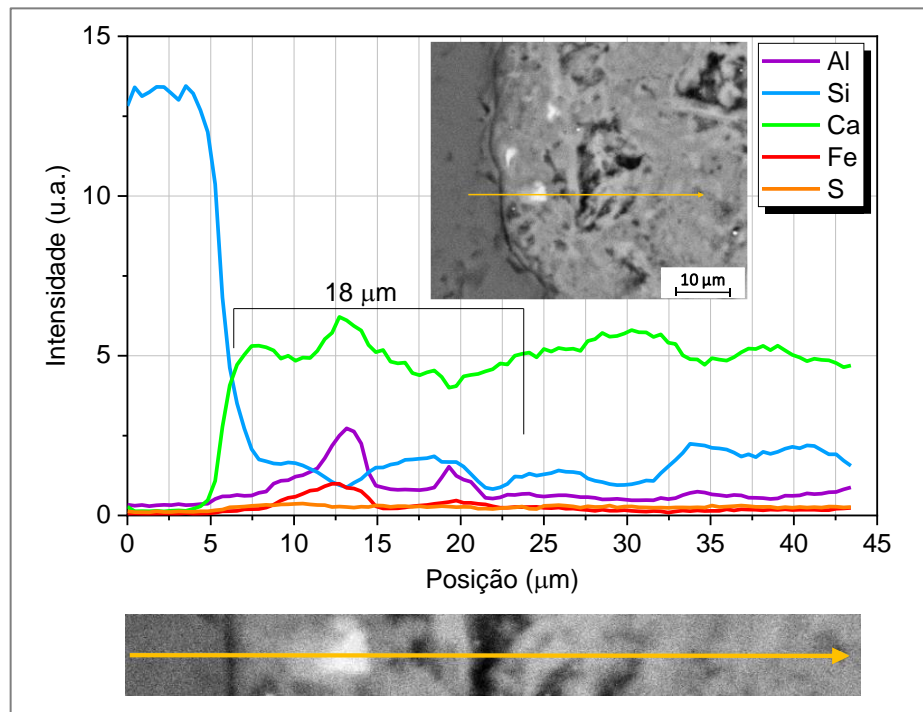


Figura 5.40 - EDS em linha da amostra BC40.

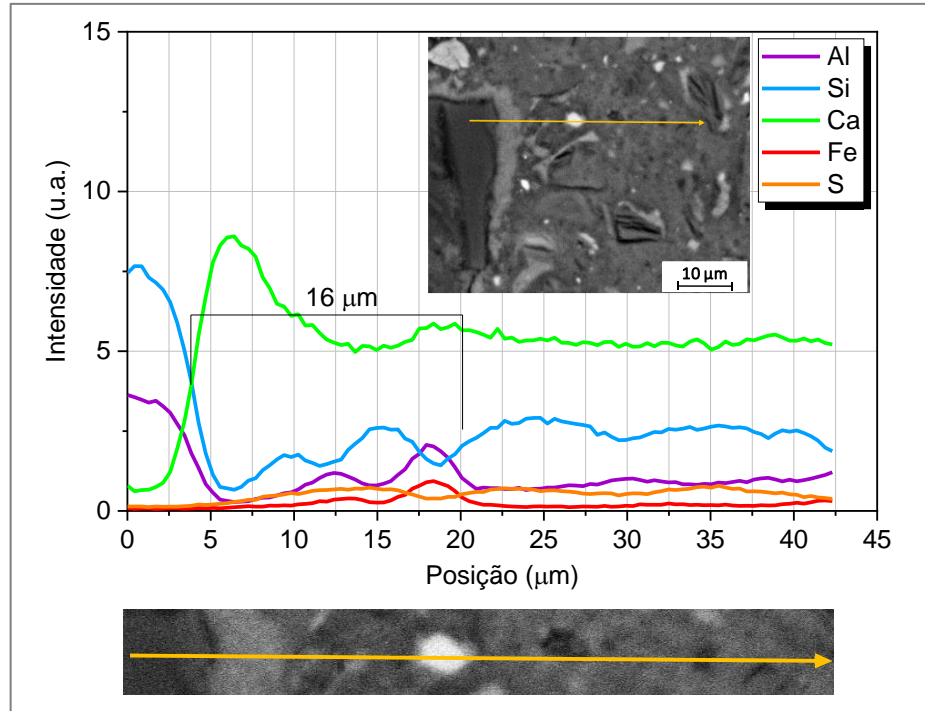


Figura 5.41 - EDS em linha da amostra AR40.

Complementarmente à análise do mapeamento químico em linha, a estimativa da espessura da zona foi realizada utilizando outro parâmetro: a porosidade. As Figura 5.42 a Figura 5.46 ilustram a região de análise das amostras, cujas segmentações (de 5 em 5 μm) foram realizadas, bem como o primeiro segmento na condição da imagem original e na condição binarizada (poros e CH).

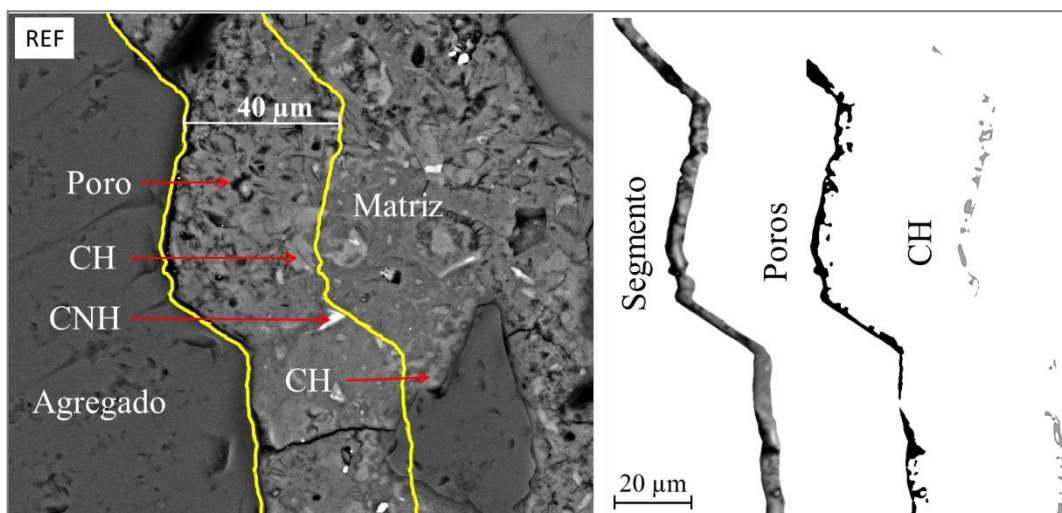


Figura 5.42 - Esquema de segmentação da amostra REF para análise da porosidade e CH.

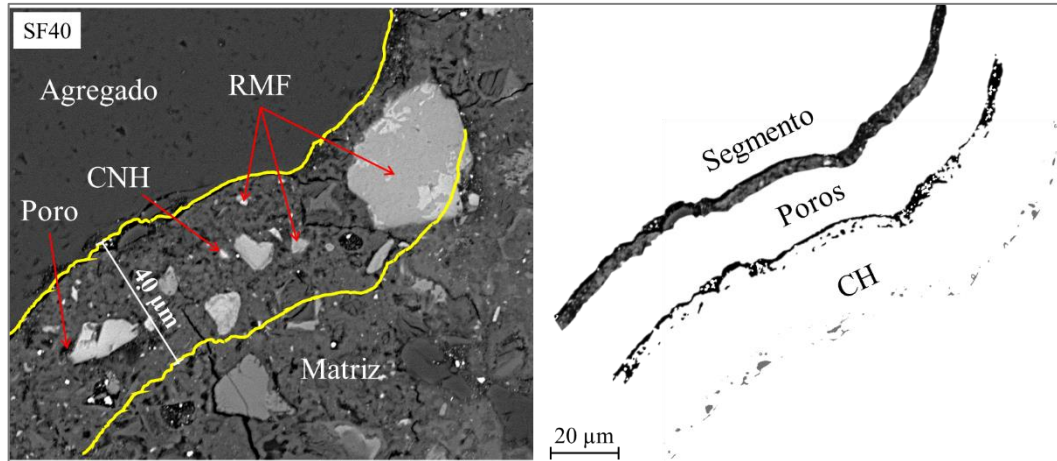


Figura 5.43 - Esquema de segmentação da amostra SF40 para análise da porosidade e CH.

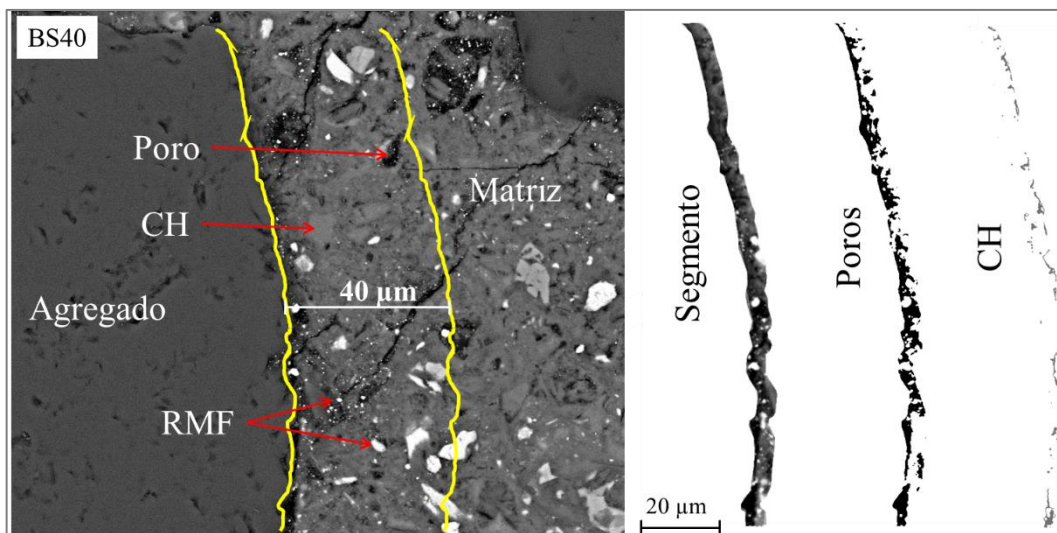


Figura 5.44 - Esquema de segmentação da amostra BS40 para análise da porosidade e CH.

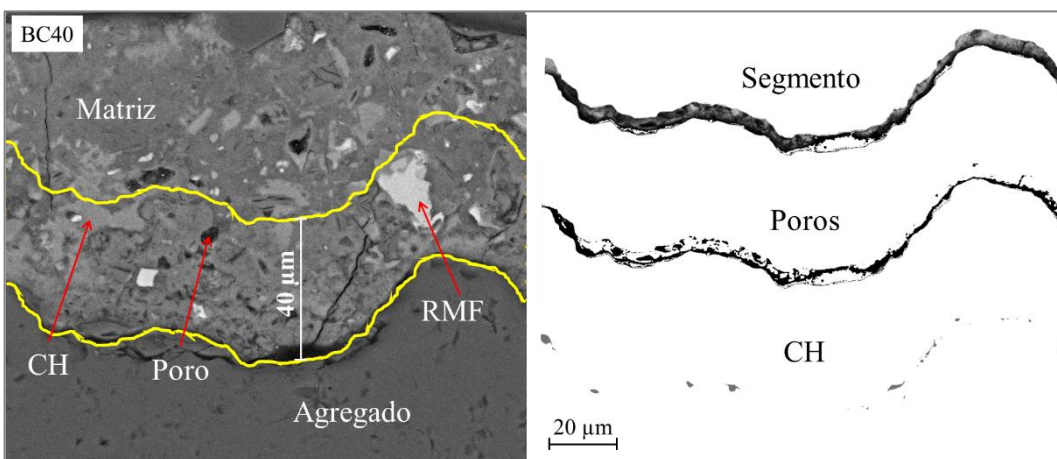


Figura 5.45 - Esquema de segmentação da amostra BC40 para análise da porosidade e CH.

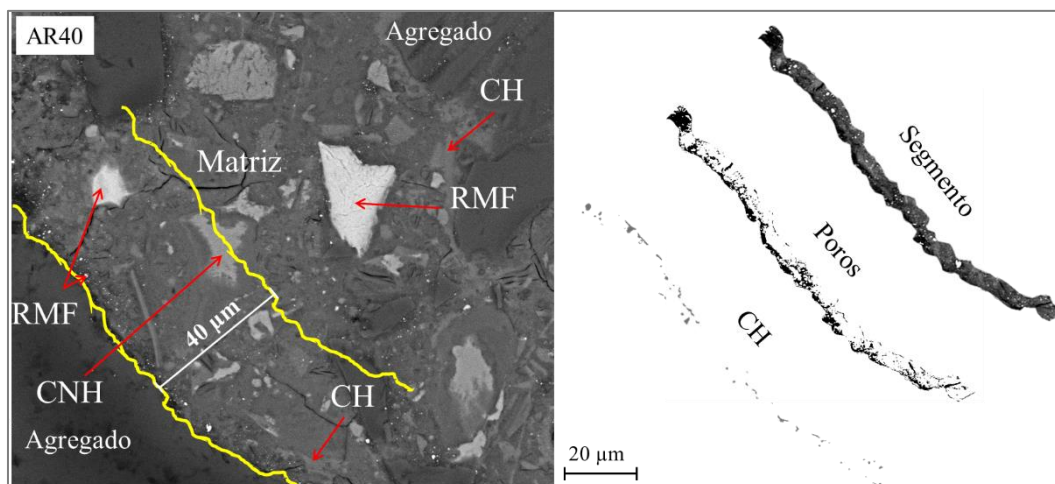


Figura 5.46 - Esquema de segmentação da amostra AR40 para análise da porosidade e CH.

Percebe-se pelas imagens que não há uma delimitação visível da zona de transição em nenhuma das amostras. Segundo Scrivener *et al.* (2004), em concretos de boa qualidade a ZTI não é aparente como uma banda distinta de porosidade alta. Ademais, há presença de partículas de rejeito próximas aos agregados, na região de análise, o que indica que as imagens foram obtidas na mesma direção do adensamento. Dessa forma, a zona de transição analisada nas amostras se trata da região inferior dos agregados, onde ocorre acúmulo de água devido ao efeito parede.

Após a análise de cada segmento, construiu-se o gráfico com o desenvolvimento da porosidade e da portlandita no sentido agregado-matriz, conforme mostra a Figura 5.47, onde o ponto de relativa estabilização da curva de porosidade indica a espessura estimada da ZTI. Assim, obteve-se como resultado as espessuras aproximadas de: 20 μm (REF); 17 μm (SF40); 13 μm (BS40); 17 μm (BC40); 10 μm (AR40). Destaca-se que a porosidade da amostra REF apresenta uma tendência de não estabilização. Observa-se que os valores estimados da ZTI pelo método da variação de porosidade, para as amostras com adição de RMF, são condizentes com os encontrados pelo método do mapeamento químico em linha. Em ambos os métodos, os resultados encontrados estão de acordo com a literatura. Diamond (2001) observou a estabilização da porosidade de concretos à cerca de 30 μm do agregado e representando em torno de 7% da área do segmento. Hussin & Poole, (2011), encontraram valores entre 21 e 38 μm , com porosidades próximas de 10%, para concretos produzidos com diferentes agregados. E, no estudo de Gao *et al.* (2014), os autores identificaram zonas de transição entre 15 e 45 μm , com porosidade próxima de 30%, para argamassas produzidas com diferentes teores de agregado e diferentes fatores água cimento.

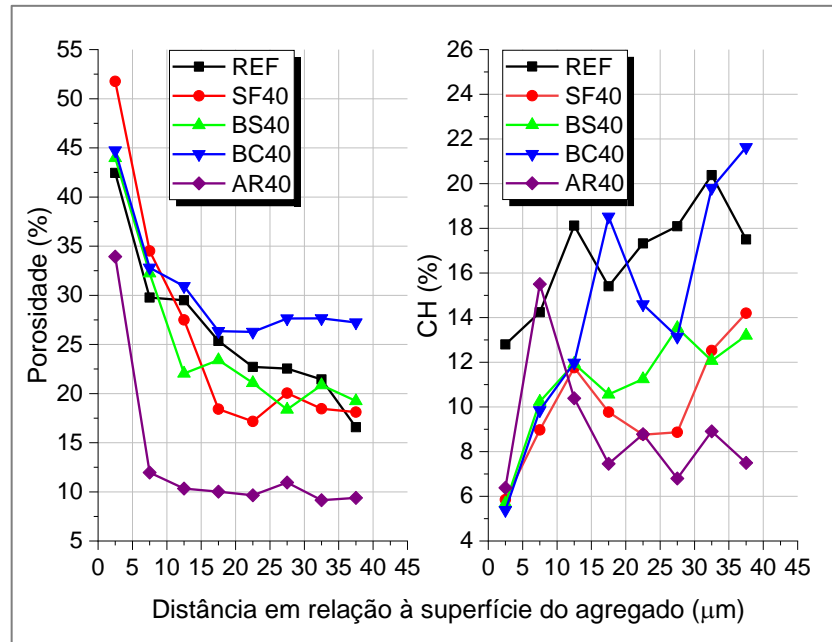


Figura 5.47 - Desenvolvimento da porosidade e da portlandita das amostras ao longo da região da ZTI.

Compativamente aos resultados de porosidade total obtidos pelo tratamento de imagem de MEV no *software* ImageJ, os valores de porosidade obtidos em pontos mais distantes do agregado são levemente superiores. Por se tratar de uma medida localizada, essa diferença era esperada. Considerando os resultados da Figura 5.47, nota-se que as amostras com adição dos rejeitos apresentaram menores espessuras da zona. Entretanto, deve-se destacar que, como o processo de empacotamento é aleatório, cada região individual da zona de transição é diferente (SCRIVENER *et al.*, 2004). Assim, deve-se entender que os resultados indicam que há apenas uma tendência de redução da espessura da zona de transição com a introdução de rejeito de minério de ferro como adição. De forma geral, a composição química em linha e a análise de imagens por segmentação e binarização são correlatas, indicando que ambos os métodos são válidos, mesmo em amostras densas.

A variação de CH (Figura 5.47) apresenta um comportamento diferente do relatado pela literatura, que indica que o teor reduz ao se afastar do agregado (DIAMOND, 2001; SCRIVENER, 2004), mesmo para a amostra de referência. Isso pode ser devido à dimensão reduzida do segmento (5 µm), que aumentou a sensibilidade da medida. Observa-se que a distribuição do produto hidratado na região da ZTI analisada não é homogênea, como observado por Hussin & Poole (2011). Contudo, pode-se dizer que a adição de RMF na

matriz dos microconcretos tende a reduzir a formação de portlandita na ZTI, o que sugere uma melhora de propriedades e maior durabilidade desses compósitos.

Entre as amostras com rejeito, os resultados mostraram que existem diferenças, tanto no desenvolvimento da porosidade, como no desenvolvimento da CH, sugerindo uma influência das propriedades do RMF na microestrutura dos compósitos. Para um estudo de maior precisão, deve-se analisar um número maior de imagens, baseado na consideração estatística de que o valor médio da característica estudada deve estar dentro de 10% da média verdadeira, com intervalo de confiança de 95%, assumindo uma distribuição normal (ELSHARIEF *et al.*, 2003). Assim, mais imagens de ZTI em diferentes agregados de cada amostra devem ser avaliados. Todavia, este estudo contribui para a ampliação do conhecimento acerca da microestrutura de microconcretos com adição de RMF, ainda pouco estudada.

5.3.7 Nanoindentação

As propriedades micromecânicas foram estudadas por meio de medidas de nanoindentação. Devido às intrínsecas da microestrutura dos compósitos cimentícios, a fase do material indentada pode apresentar um comportamento irregular durante o carregamento e descarregamento. Algumas indentações podem ser realizadas em poros, defeitos ou regiões com fissuras, o que impacta fortemente os resultados da nanoindentação (GAUTHAM e SASMAL, 2019). Dessa forma, previamente às análises das propriedades mecânicas, as curvas P_{xh}, para cada ponto indentado, foram checadas, descartando-se aquelas que apresentavam erros. O número de pontos utilizados para o cálculo e os resultados da dureza e do módulo de indentação são apresentados na Tabela 5.13. A dispersão dos dados, bem como os valores medianos da dureza e do módulo, são apresentados na Figura 5.48 e Figura 5.49, respectivamente.

Segundo Vandamme e Ulm (2009), as fases hidratadas na matriz cimentícia possuem módulo inferior à 65 GPa e dureza inferior à 3 GPa. Conforme estudo de Xu *et al.* (2015), o gel C-S-H possui valores de módulo e dureza de em torno de 30 GPa e 1,5 GPa, respectivamente, enquanto que nas partículas de cimento não hidratadas esses valores são, em média, de 100 GPa e 8 GPa, respectivamente. Os valores obtidos nessa pesquisa divergem da literatura, mesmo para o microconcreto de referência. Desta forma, os resultados foram utilizados de forma comparativa entre si, a fim de se identificar a influência

da adição de RMF nessas propriedades dos compósitos e as diferenças entre as amostras com adição, considerando a variação das propriedades dos rejeitos. Destaca-se que a utilização da técnica de nanoindentação é uma tarefa complexa, que exige recursos, tempo e delicadeza (GAUTHAM e SASMAL, 2019). Além disso, para materiais cimentícios, que são muito heterogêneos por natureza e com poros, a preparação da superfície é crucial para obter resultados confiáveis e significativos (SASMAL e ANOOP, 2019).

Tabela 5.13 - Dureza e Módulo dos microconcretos.

| Amostra | Nº de pontos | Propriedade | Máx. | Mín. | Mediana | Desvio Padrão |
|---------|--------------|--------------|--------|-------|---------|---------------|
| REF | 29 | Dureza (GPa) | 17,48 | 9,31 | 12,44 | 1,87 |
| | | Módulo (GPa) | 81,38 | 58,53 | 70,54 | 4,63 |
| SF40 | 13 | Dureza (GPa) | 49,55 | 7,27 | 19,62 | 9,53 |
| | | Módulo (GPa) | 333,92 | 67,87 | 132,50 | 60,29 |
| BS40 | 28 | Dureza (GPa) | 119,17 | 0,43 | 30,27 | 32,97 |
| | | Módulo (GPa) | 496,31 | 13,27 | 171,95 | 139,09 |
| BC40 | 35 | Dureza (GPa) | 59,96 | 0,92 | 19,23 | 8,66 |
| | | Módulo (GPa) | 242,37 | 43,35 | 124,23 | 28,54 |
| AR40 | 28 | Dureza (GPa) | 73,11 | 0,99 | 22,52 | 14,02 |
| | | Módulo (GPa) | 458,34 | 27,73 | 133,72 | 79,45 |

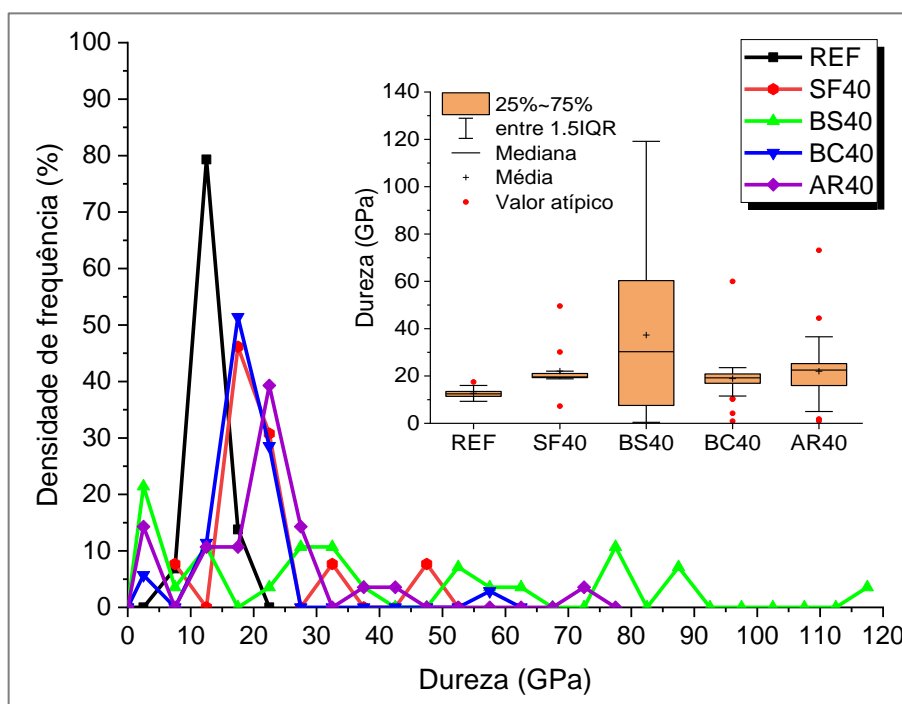


Figura 5.48 - Dispersão dos resultados de Dureza dos microconcretos.

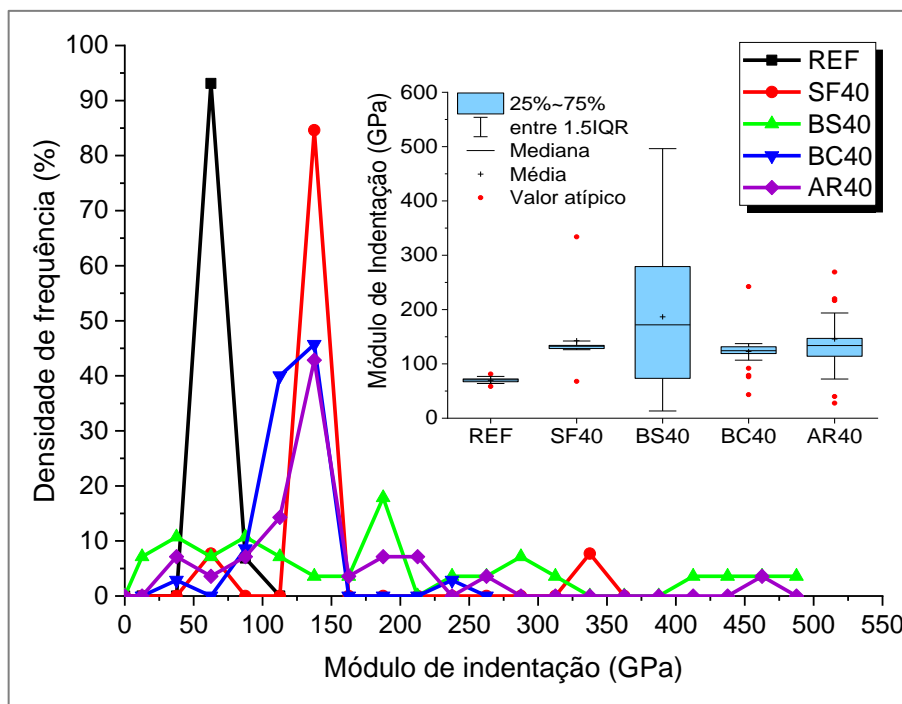


Figura 5.49 - Dispersão dos resultados de Módulo de Indentação dos microconcretos.

De acordo com os resultados, considerando a elevada sensibilidade do ensaio, nota-se que a natureza heterogênea dos compósitos e dos próprios rejeitos utilizados nesta pesquisa resultou em uma grande variedade de respostas mecânicas obtidas. Os desvios padrões das amostras com rejeito, tanto para a dureza quanto para o módulo, são superiores aos observados na amostra de referência.

Segundo Zhao *et al.* (2014), que avaliaram essas propriedades pela nanoindentação em rejeito de minério de ferro, essa elevada variação se deve às respostas dos diferentes minerais presentes no rejeito. Foi identificado ainda que os microconcretos com a adição de RMF apresentaram propriedades micromecânicas medianas superiores às do microconcreto REF: aumento máximo de 143,32% na dureza e de 143,76% no módulo, ambos para a amostra BS40. Isso se deve às próprias propriedades dos rejeitos, ao efeito filer da adição, promovendo uma matriz mais densa, e à uma possível melhora mecânica dos compostos hidratados dessas amostras.

Sabe-se que o gel C-S-H, principal produto da hidratação do cimento Portland, tem uma forte influência nas propriedades físicas e mecânicas dos materiais cimentícios (PELISSER *et al.*, 2012). O emprego de outras técnicas associadas à nanoindentação, como MEV e EDS, pode ajudar a caracterização da microestrutura indentada e, assim, auxiliar a vinculação das propriedades mecânicas com as fases constituintes da matriz cimentícia

(GAUTHAM e SASMAL, 2019). Observa-se que a amostra de maior dureza mediana (BS40) também foi a que alcançou maior resistência à compressão. Contudo, como o nanoindentador utilizado nesta pesquisa não possuía MEV acoplado, a identificação dos pontos indentados e a correlação de fases e propriedades mecânicas não foi possível. Portanto, a partir desses resultados, não se pode associar o aumento da dureza dos compósitos com adição com o aumento da resistência à compressão, uma vez que os valores determinados pela nanoindentação foram da matriz como um todo e não, necessariamente, do gel C-S-H. Além disso, o ganho de dureza pela adição de rejeito de minério de ferro identificada é benéfica, pois pode representar um ganho de resistência à abrasão.

A partir do módulo de indentação (M) e conhecendo-se o coeficiente de Poisson ν do material, é possível calcular o módulo de elasticidade (SASMAL e ANOOP, 2019). Para um material elástico isotrópico e homogêneo, o módulo de elasticidade (E) pode ser calculado seguindo a equação 5.1 (FISCHER-CRIPPS, 2004). Onde E_i e ν_i são o módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do indentador.

$$E = (1 - \nu^2) \times \left[\frac{1}{M} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \right]^{-1} \quad (5.1)$$

Considerando os coeficientes de Poisson como constantes, pode-se resumir a equação da seguinte forma:

$$E = a \times \left[\frac{1}{M} - \frac{b}{E_i} \right]^{-1} \quad (5.2)$$

$$\frac{1}{E} = c \times \left[\frac{1}{M} - d \right] \quad (5.3)$$

$$E' = e \times M' - f \quad (5.4)$$

Observa-se que a equação 5.4 é do tipo ($y = ax + b$). Para verificar a validade desta equação nos dados deste estudo, a correlação entre as variáveis M' ($1/M$) e $E'(1/E)$ é apresentada na Figura 5.50. Apesar de serem propriedades relacionadas, o valor de R^2 é de 0,897, ou seja, a equação não se aplica de forma precisa, uma vez que o material é heterogêneo.

Utilizando a análise de variância, apresentada na Tabela 5.14, pode-se afirmar que as amostras com adição de rejeito são estatisticamente diferentes da amostra de referência. Portanto, há uma tendência de aumento de dureza e de módulo dos compósitos com a adição de RMF. Entre as amostras com RMF, as diferenças também são significativas. Entretanto,

avaliando a dispersão dos resultados, é possível perceber que o comportamento do microconcreto BS40 difere dos demais compósitos com RMF, apresentando grande variação de dureza e de módulo. Possivelmente, alguns pontos de indentação ocorreram na partícula de rejeito, elevando a propriedade. Assim, esse resultado pode ser em função da localização das indentações ou da influência das propriedades do rejeito BS. Portanto, a heterogeneidade dos materiais pode influenciar as propriedades micromecânicas, dependendo das características do rejeito.

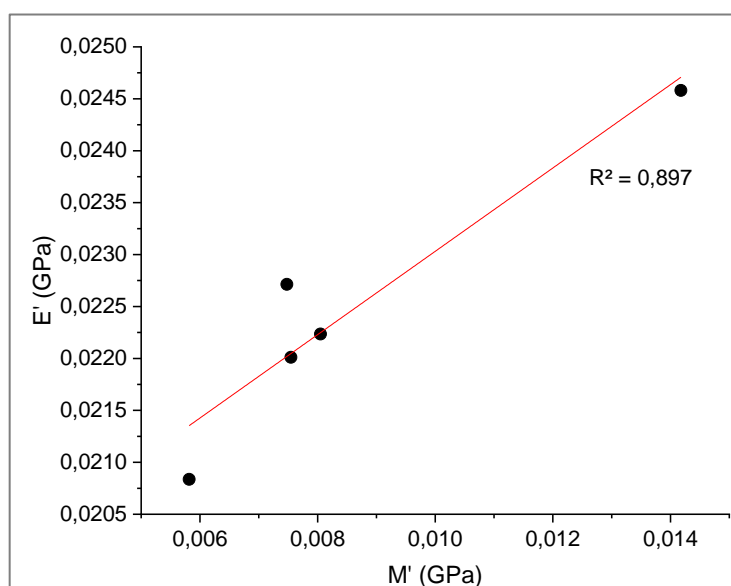


Figura 5.50 - Linearização da relação entre Módulo de Indentação e Módulo de Elasticidade.

Tabela 5.14 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de Dureza e Módulo de Indentação.

| | Análise | F | valor-P | F crítico | Diferença |
|---------------|-------------------|-------|---------|-----------|-------------------|
| Dureza | Todas as amostras | 7,798 | 1,2E-05 | 2,442 | Significativa |
| | Amostras com RMF | 5,126 | 0,002 | 2,696 | Significativa |
| | SF40, BC40 e AR40 | 0,756 | 0,473 | 3,122 | Não significativa |
| Módulo | Todas as amostras | 8,626 | 3,4E-06 | 2,442 | Significativa |
| | Amostras com RMF | 2,817 | 0,043 | 2,696 | Significativa |
| | SF40, BC40 e AR40 | 1,404 | 0,252 | 3,122 | Não significativa |

6 CONCLUSÕES

Este estudo apresentou que as propriedades dos rejeitos de minério de ferro (RMF) estão relacionadas com as características da jazida do minério de origem e dos processos de beneficiamento utilizados. Os resultados mostraram que as amostras possuem diferenças na composição química e mineralógica, sugerindo que quanto menor o grau de processamento do minério, maior a heterogeneidade dos rejeitos e maior o teor de ferro da amostra. Em consequência dessas diferenças, as massas específicas foram tanto maiores quanto maiores fossem os teores de ferro. A granulometria se mostrou variável entre as amostras e, devido ao quartzo, a moagem não foi suficiente para reduzir o diâmetro das partículas abaixo da granulometria do cimento. Esse efeito foi mais observado na amostra AR40, de maior teor de sílica. Com a presença de pequenas partículas, possivelmente de argilominerais, nas amostras com menor beneficiamento do minério, obtiveram-se valores muito elevados de área superficial específica (ASE) e de porosidade, o que não foi observado para as outras amostras. Pelos resultados da difração de raios-X, concluiu-se que os rejeitos estudados são inertes, apresentaram baixa ou nenhuma reatividade, devido à cristalinidade dos compostos silicáticos e aluminosilicáticos e energia de superfície insuficiente (elevada granulometria).

No estado fresco dos microconcretos, observou-se que a adição de RMF reduz o índice de consistência, sendo esse efeito mais acentuado quanto maior a ASE e porosidade do rejeito. Apesar disso, os microconcretos ainda exibem plasticidade com consistência plástico/seca.

Nas propriedades físico-mecânicas, a heterogeneidade do RMF indicou não afetar significativamente. De forma geral, a adição de RMF em microconcretos promoveu um aumento de resistência à compressão. Isso se deve à densificação da matriz, à boa aderência desta com os agregados e à redução do fator a/c efetivo. Entretanto, as diferenças entre as amostras com RMF não foram significativas, conforme resultados da ANOVA. Resultado semelhante foi observado para o módulo de elasticidade. Com o efeito de preenchimento de poros, houve ganho de rigidez nos microconcretos com adição de RMF. Para essa propriedade concluiu-se que quanto maior a massa específica do rejeito e menor a porosidade do compósito, maior é o módulo de elasticidade. Apesar das diferenças nos valores médios, a grande variância dos resultados levou a indicação de diferença não significativa pela análise estatística.

Em relação aos indicadores de durabilidade, a introdução desses materiais nos microconcretos levou à uma manutenção com tendência de redução da porosidade e absorção de água do compósito e aumento do coeficiente de capilaridade. Nessas propriedades, os microconcretos obtiveram resultados próximos, mas a análise ANOVA aponta para uma diferença significativa entre todas as amostras e entre as amostras com RMF, apesar de, na prática, a diferença entre os valores não ser tão impactante na durabilidade. As análises indicaram que há uma diferença no tamanho, forma e/ou na distribuição espacial dos poros nos microconcretos endurecidos. Portanto, a heterogeneidade dos rejeitos pode ser um fator importante na durabilidade dos compósitos.

A resistividade elétrica dos microconcretos com adição permaneceu na mesma ordem de grandeza do referênci, apresentando mesmo potencial de corrosão. Contudo, com tendência de redução desta propriedade. Apesar da redução da porosidade, esse efeito pode ser devido à presença de minerais condutores como a hematita e a magnetita. Entre as amostras com RMF não foi observada variação de resultados significativa, não havendo influência das propriedades dos materiais. A profundidade de carbonatação obtida para os microconcretos com adição foi menor que para o de referênci e os resultados sugerem que a heterogeneidade dos rejeitos pode ser um fator de influência.

As análises microestruturais indicaram que as propriedades dos rejeitos podem ser fatores importantes no desenvolvimento da microestrutura. Pelas análises de imagens, foi possível concluir que as matrizes cimentícias das amostras com rejeito se apresentam mais densas, com regiões localizadas de maior porosidade. Para algumas amostras, ocorreu maior refinamento de poros, indicando que as propriedades físicas do rejeito influenciaram a propriedade. Os resultados mostram que a avaliação da porosidade de materiais cimentícios pode ser realizada por meio de análise de imagens. Contudo, destaca-se que, para um resultado mais preciso, um maior número de imagens para cada amostra deve ser avaliado.

As imagens de MEV dos microconcretos com RMF indicaram preenchimento de poros pelos rejeitos, menor formação de CH na ZTI e menor presença de partículas anidras de cimento. Isso sugere um aumento de nucleação dos produtos de hidratação. Embora as análises não tenham sido quantitativas, observaram-se diferenças entre as amostras com RMF. As propriedades dos rejeitos podem influenciar o processo de hidratação do cimento, contudo, mais análises são necessárias. Da mesma forma, na ZTI, os resultados de avaliação da espessura indicaram uma tendência de redução para as amostras com adição de RMF. Entretanto, não se pode afirmar que a heterogeneidade dos rejeitos afeta a região. De forma

geral, a avaliação da espessura por meio da composição química em linha e a análise de imagens por segmentação e binarização são métodos válidos, mesmo em amostras densas, indicando resultados próximos e correlatos.

Em relação às propriedades micromecânicas, observou-se que a introdução dos rejeitos de minério de ferro tende a aumentar a dureza e o módulo de indentação dos compósitos, causados pela densificação da matriz e pelas propriedades dos RMFs. As diferenças de resultados foram significativas para algumas amostras. Devido à impossibilidade de localização dos pontos nanoindentados nesta pesquisa, as justificativas dos resultados dessas propriedades não puderam ser mais aprofundadas. Dessa forma, é necessário uma maior investigação acerca da microestrutura dos compósitos e das propriedades das fases hidratadas. Ainda assim, esta pesquisa colabora com a ampliação dos conhecimentos a respeito da microestrutura de compósitos contendo adição de RMF, ainda pouco explorada pela literatura.

Os resultados das propriedades dos microconcretos indicaram que o RMF atuou preenchendo os poros e promovendo manutenção ou melhoria na maioria das propriedades. Sua utilização no teor de 40% como adição permite a produção de microconcretos com resistência e durabilidade semelhante ou superior ao microconcreto de referência, auxiliando a redução dos impactos ambientais associados à mineração e à construção civil. Contudo, a heterogeneidade do material aparenta ser um fator mais significativo no desenvolvimento da microestrutura e em algumas propriedades indicadoras de durabilidade, mas exercendo pouca influência importante nas propriedades físico-mecânicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE ÁGUAS (ANA), Relatório de Segurança de Barragens, 2018. Disponível em: <http://www.snisb.gov.br/portal/snisb/relatorio-anual-de-seguranca-de-barragem/2018>. Acesso em: 20/01/2020.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). Anuário Mineral Brasileiro – Principais substâncias metálicas. Brasília-DF, 2020. Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/anuario-mineral/anuario-mineral-brasileiro/amb_2020_ano_base_2019_revisada2_28_09.pdf. Acesso em: 13/01/2021.

ALEXANDER, M.; MINDESS, S., **Aggregates in concrete**, Ed. Taylor & Francis, New York, 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS **ASTM C215-19**: Standard Test Method for Fundamental Transverse, Longitudinal, and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019.

ANDRADE J.J., TUTIKIAN B.F. Resistência Mecânica do Concreto In: **Concreto: Ciência e Tecnologia** 1a ed. São Paulo: G.C. Isaia., v.1 p. 626, 627, 2011.

ANDRADE, C.; D'ANDREA, R. Electrical resistivity as microstructural parameter for the modelling of service life of reinforced concrete structures, **International Symposium on Service Life Design for Infrastructure**, Delft, The Netherlands, 2010.

ANDRADE, L. C. R., Caracterização de rejeitos de mineração de ferro, in natura e segregados, para aplicação como material de construção civil. **Tese (Doutorado)**, Universidade Federal de Viçosa, 2014.

ANDREW, R. M., Global CO₂ emissions from cement production. **Earth System Science Data**, v. 10, p.195–217, 2018.

ARAÚJO, A. C.; AMARANTE, S. C.; SOUZA, C. C.; SILVA, R. R. R., Ore Mineralogy and its Relevance for Selection of Concentration Methods in processing of Brazilian Iron Ores, **Mineral Processing and Extractive Metallurgy**, v. 112:1, p. 54-64, 2013.

ARISTIMUNHO, P. B.; BERTOCINI, S. R. Aplicação de lama de minério de ferro em forma de pó na presença de cimento portland. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 5, n. 2, p. 153–165, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS: **ABNT NBR 10007**: Amostragem de Resíduos sólidos – Rio de Janeiro, 2004.

____ **ABNT NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência, Rio de Janeiro, 2016.

____ **ABNT NBR 15259**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade, Rio de Janeiro, 2005.

____ **ABNT NBR 5739**: Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos, Rio de Janeiro, 2018.

____ **ABNT NBR 6118**: Projeto de estruturas de concreto – Procedimento, Rio de Janeiro, 2014.

____ **ABNT NBR 7211**: Agregados para concreto – Especificação. Rio de Janeiro, 2019.

____ **ABNT NBR 7214**: Areia normal para ensaio de cimento - Especificação, Rio de Janeiro, 2015.

____ **ABNT NBR 7215**: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água por capilaridade, Rio de Janeiro, 2012.

____ **ABNT NBR 9204**: Concreto endurecido — Determinação da resistividade elétrica-volumétrica — Método de ensaio, Rio de Janeiro, 2012.

____ **ABNT NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica, Rio de Janeiro, 2005.

____ **ABNT NBR 9779**: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão, Rio de Janeiro, 2012.

AZAM, S.; LI, Q., Tailings dam failures: A review of the last one hundred years. **Geotechnical News**, v. 28, n.4, p. 50-54, 2010.

AZARSA P. & GUPTA R., Electrical Resistivity of Concrete for Durability Evaluation: A Review, **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2017, p. 30, 2017.

AZEVEDO, U. R. de; MACHADO, M. M. M.; CASTRO, P. T. A.; RENGER, F. E.; TREVISOL, A.; BEATO, D. A. C., **Geoparque Quadrilátero Ferrífero (MG): proposta**. Capítulo de livro Repositório Institucional de Geociências, CPRM, 2012. Disponível em: <http://rigeo.cprm.gov.br/xmlui/handle/doc/17149>. Acesso em: 23/10/2019.

BARBOSA, M. T. G.; SANTOS, W. J., **ARGAD: High Performance Mortar**. In: Portugal SB 13 - **Portugal Sustainable Building Contribution to Achieve the EU 20-20-20 Targets**, 2013, Guimaraes. Portugal. University of Minho, v. 1. p. 387, 2013.

BARRETO, M. L., Mineração e desenvolvimento sustentável: desafios para o Brasil. Centro de Tecnologia Mineral – CETEM, Brasília-DF, 2002. Disponível em: <http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00000729.pdf>. Acesso em 23/10/2019.

BASTOS, L. A.C., Using Iron Ore Tailings from Tailing Dams as Road Material. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 28, p. 988-995, out. 2016.

BEZERRA, C. G., Caracterização do rejeito de minério de ferro (iot) e avaliação da sua influência no comportamento físico-químico e mecânico de pastas de cimento, **Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

BLACK, L.; GARBEV, K.; STEMMERMANN, P.; HALLAM, K. R.; ALLEN, G. C. Characterisation of crystalline C-S-H phases by X-ray photoelectron spectroscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 33, p. 899-911. 2003.

BORGES, P. H. R.; RAMOS, F. C. R.; CAETANO, T. R.; PANZERRA, T. H.; HERSILIA, S., Reuse of iron ore tailings in the production of geopolymer mortars, **Revista Escola de Minas, International Engineering Journal**, Ouro Preto, v. 72, n. 4, p. 581-587, 2019.

BOURDETTE, B.; RINGOT, E.; AND OLLIVIER, J. P. Modeling of the transition zone porosity. **Cement and Concrete Research**, v. 25, n. 4, p. 741-751, 1995.

BRASIL, 2015, Entenda o acidente de Mariana e suas consequências para o meio ambiente. Disponível em: <https://www.conselhoparlamentar.org.br/entenda-o-acidente-de-mariana-e-suas-consequencias-para-o-meio-ambiente/>. Acesso em: 18/08/2019.

CARRASCO, E. V. M., MAGALHÃES, M. D. C., SANTOS, W. J. D., ALVES, R. C., MANTILLA, J. N. Characterization of mortars with iron ore tailings using destructive and nondestructive tests. **Construction and Building Materials**, v. 131, p. 31–38, 2017.

CARVALHO, P. S. L. de; SILVA, M. M. da; ROCIO, M. A. R.; MOSZKOWICZ, J., Insumos Básico – Minério de Ferro, **BNDES Setorial**, v. 39, p. 197-234, 2014. Disponível em: <https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/4802>. Acesso em: 23/10/2019.

CASTRO, N. L., Estudo de argamassa estrutural com adição de resíduo da mineração de ferro depositado em barragem de lama no estado de Minas Gerais – Brasil. **Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal de Minas Gerais, 2018.

CENTRO DE GESTÃO E ESTUDOS ESTRATÉGICOS (CGEE) – Ciência, Tecnologia e Inovação. Diretrizes Estratégicas Para o Fundo Setorial Mineral – CT-Mineral. Brasília-DF, outubro, 2018. Disponível em: <https://www.cetem.gov.br/images/outros/Diretrizes-Estrategicas-do-CT-Mineral-2018.pdf>. Acesso em: 09/09/2019.

COSTA, A. V. Concreto com rejeito de sinter feed: Estudo comparativo de desempenho e caracterização microestrutural. **Tese** (Doutorado), Escola de Engenharia de Minas Gerais, UFMG, Belo Horizonte, 2016.

COSTA, A. V.; GUMIERI, A. G.; BRANDÃO, P. R. G., Interlocking concrete blocks produced with sinter feed tailings, **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 7, n. 2, p. 228-259, 2014.

DAUCE, P.D.; CASTRO, G.B.; LIMA, M.M.F.; LIMA, R.M.F., Characterisation and magnetic concentration of an iron ore tailings. **Journal of Materials Research and Technology**, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL (DNPM), Economia Mineral do Brasil – Minério de Ferro e Aço, 2009. Disponível em: <http://www.anm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/outras-publicacoes-1/outras-publicacoes>. Acesso em: 25/10/2019.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL (DNPM), Sumário Mineral Brasileiro 2018 - Ferro (ano base 2017), Agência Nacional de Mineração. Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/pasta-sumario-brasileiro-mineral-2018/ferro_sm_2018. Acesso em: 05/01/2021.

DIAMOND, S., Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete, **Cement and Concrete Composites**, v. 23, p. 171-178, 2001.

EDRAKI, M; BAUMGARTL, T; MANLAPIG,E; BRADSHAW, D; FRANKS, D.M; MORAN, C. J. Designing mine tailings for better environmental, social and economic outcomes: A review of alternative approaches. **Journal of Cleaner Production**, v. 84 (1), p. 411-420, 2014.

ELSHARIEF, A.; COHEN, M. D.; OLEK, J., Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone, **Cement and Concrete Research**, v.33, p. 1837-1849, 2003.

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

European Cement Research Academy, Cement Sustainability Initiative, (ECRA/CSI) Ed. Development of State of the Art-Techniques in Cement Manufacturing: Trying to Look Ahead, CSI/ECRA Technology Papers 2017. Duesseldorf, Geneva, 2017 Disponível em: <https://ecra-online.org/research/technology-papers>.

EUROPEAN CEMENT RESEARCH ACADEMY; **Cement Sustainability Initiative, Ed. Development of State of the Art-Techniques in Cement Manufacturing: Trying to Look Ahead**; CSI/ECRA-Technology Papers 2017. Duesseldorf, Geneva, 2017. Disponível em: <https://ecra-online.org/research/technology-papers>. Acesso em: 25/10/2019.

FAZENDA, J., **Paints and varnishes: science and technology**. São Paulo: Edgard Blücher, 2005.

FAZZAN, J. V. Avaliação da reatividade da cinza do bagaço de cana-de-açúcar em concretos por meio do fator k de eficácia cimentante. **Tese** (Doutorado), Curso de Pós-graduação em Ciência dos Materiais, Unesp, Ilha Solteira, 2017.

FISCHER-CRIPPS, A. C., **Nanoindentation**, 2^a ed., Springer-Verlag, 2004.

FONTES W. C., Utilização do rejeito de barragem de minério de ferro como agregado reciclado para argamassas de revestimento e assentamento. **Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal de Ouro Preto, 2013.

FONTES, W. C., JANUZZI, R.V., BORGES, R.D.A., CURY, A.A., ANDRÉ, R., PEIXOTO, R. A. F. Resíduo da mineração de ferro como matéria-prima revestimento e assentamento. IBRACON, **Anais** do 56 congresso brasileiro do concreto, p.1–16, 2014.

FONTES, W. C., MENDES, J. C., SILVA, S. N., PEIXOTO, R. A. F. Mortars for laying and coating produced with iron ore tailings from tailing dams. **Construction and Building Materials**, v. 112, p. 988–995, 2016.

FUNK, J. E. & DINGER, D. R., Kluwer Academic Press, Boston, 1994. Predictive Process Control of Crowded Particulate Suspensions, Applied to Ceramic Manufacturing.

FURQUIM, P. R. V. Estudo estatístico de produção de concretos com adições minerais. Santa Maria, 2006, 208 p. **Dissertação** (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2006.

G1, Brumadinho: sobe para 249 o número de mortos no rompimento da barragem, ago. 2019. Disponível em: <https://g1.globo.com/mg/minas-gerais/noticia/2019/08/31/brumadinho-sobe-para-249-o-numero-de-mortos-no-rompimento-de-barragem.ghtml>. Acesso em: 18/12/2019.

G1, Tailings from dams reach areas up to 100 km in MG, 2015. Disponível em: <http://g1.globo.com/minas-gerais/noticia/2015/11/hidreletrica-100-km-e-afetada-por-lama-do-rompimento-de-barragens.html>. (Nov. 20, 2015). Acesso em: 06/11/2019.

GALVÃO, J. L. B.; ANDRADE, H. D.; BRIGOLINI, G. J.; PEIXOTO, R. A. F.; MENDES, J. C., Reuse of iron ore tailings from tailings dams as pigment for sustainable paints. **Journal of Cleaner Production**, v. 200, p. 412–422, 2018.

GAO, Y.; SCHUTTER, G.; YE, G.; TAN, Z.; WU, K., The ITZ microstructure, thickness and porosity in blended cementitious composite: Effects of curing age, water to binder ratio and aggregate content, **Composites Part B. Engineering**, v. 60, p. 1-13, 2014.

GAUTHAM, S. & SASMAL, S., Recent Advances in Evaluation of intrinsic mechanical properties of cementitious composites using nanoindentation technique, **Construction and Building Materials**, v. 223, p. 883-897, 2019.

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

GOMES, M. A.; PEREIRA, C. A.; PERES, A. E. C., Caracterização tecnológica de rejeito de minério de ferro, **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 64, n. 2, p. 233-236, 2011.

GOYAL, S. et al. Study On Partial Replacement Of Sand With Iron Ore Tailing On Compressive Strength Of Concrete. **International Journal of Research in Engineering & Advanced Technology**, v. 3, n. 2, 2015.

GUODONG Z., XIUZHONG Z., ZONGHUI Z., XIN C., Preparation and properties of concrete containing iron tailings/manufactured sand as fine aggregate, **Advanced Materials Research**, v. 838-841, p. 152-155, 2014.

HAMMOND, E., ROBSON, T. D., Comparison of electrical properties of various cements and concretes. **The Engineer**, v. 199, p. 78-80, p. 114-115, 1955.

HAN, F.; LI, L.; SONG, S.; LIU, J., Early-age hydration characteristics of composite binder containing iron tailing powder, **Powder Technology**, v. 3015, p. 322-331, 2017.

HORNBOSTEL, K.; LARSEN, C. K.; GEIKER, M. R. Relationship between concrete resistivity and corrosion rate – A literature review, **Cement and Concrete Composites**, v. 39, p. 60-72, 2013.

HOU T.; NGUYEN V. K.; SU Y.; CHEN Y.; CHEN P., Effects of coarse aggregates on the electrical resistivity of Portland cement concrete, **Construction and Building Materials**, v. 133, p. 397-408, 2017.

HU, C.; GAO, Y.; ZHANG, Y.; LI, Z., Statistical nanoindentation technique in application to hardened cement pastes: Influences of material microstructure and analysis method, **Construction and Building Materials**, v. 113, p. 306-316, 2016.

HU, C.; LI, Z; GAO, Y.; HAN, Y.; ZHANG, Y., Investigation on microstructures of cementitious composites incorporating slag. **Advances in Cement Research**, v. 26, n. 4, 2013.

HUANG, X.; RANADE, R.; LI, V. C. Feasibility Study of Developing Green ECC Using Iron Ore Tailings Powder as Cement Replacement. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 25, n.7, p. 923–931, 2013.

HUSKEN, G.; BROUWERS, H. J. H., A new mix design concept for earth-moist concrete: A theoretical and experimental study, **Cement and Concrete Research**, v. 38, p. 1246-1259, 2008.

HUSSIN, A. & POOLE, C., Petrography evidence of the interfacial transition zone (ITZ) in the normal strength concrete containing granitic and limestone aggregates, **Construction and Building Materials**, v. 25, p. 2298-2303, 2011.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO – **IBRAM**. Economia Mineral do Brasil, março, 2018. Disponível em: <https://portaldamineracao.com.br/wp-content/uploads/2018/02/economia-mineral-brasil-mar2018-1.pdf?x73853>. Acesso em: 13/08/2019.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO – **IBRAM**. Gestão e Manejo de Rejeitos da Mineração, 2016. Disponível em <http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00006222.pdf>. Acesso em: 13/08/2019.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO – **IBRAM**. Relatório Anual de Atividades, Janeiro à Dezembro de 2019. Disponível em: <http://portaldamineracao.com.br/ibram/wp-content/uploads/2020/10/relatorioanual-2019.pdf>. Acesso em 10/01/2021.

INSTITUTO DE PESQUISA TECNOLÓGICA – IPT, 2016. Tratamento de rejeitos é solução alternativa e economicamente viável à barragem de mineradoras. Disponível em: http://www.ipt.br/noticias_interna.php?id_noticia=1043. Acesso em: 16/08/2019.

INSTITUTO ENGENHARIA, Rompimento da barragem em Brumadinho: entenda o que aconteceu e saiba como a engenharia pode evitar outras tragédias, jan 2019. Disponível em: <https://www.institutodeengenharia.org.br/site/2019/01/28/rompimento-da-barragem-em-brumadinho-entenda-o-que-aconteceu-e-saiba-como-a-engenharia-pode-evitar-outras-tragedias/>. Acesso em: 20/01/2020.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - ISO 1920-12: Testing of concrete - Part 12: Determination of the carbonation resistance of concrete - Accelerated carbonation method, 2015.

ISMAIL, Z. Z. & AL-HASHMI E. A., Reuse of waste iron as a partial replacement of sand in concrete, **Waste Management**, v. 28 , p. 2048–2053, 2008.

JENA, S. K.; SAHOO, H.; RATH, S. S.; RAO, D. S.; S. K. DAS & B. DAS, Characterization and Processing of Iron Ore Slimes for Recovery of Iron Values, **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review: An International Journal**, v. 36, n.3, p.174-182, 2015.

KESSLER, R. J.; POWERS, R. G.; PAREDES, M. Resistivity Measurements of Water Saturated Concrete as an Indicator of Permeability, **Conference: CORROSION 2005**, NACE International, 2005.

KOWSKI, M. P. Contribuição ao estudo da carbonatação em concretos e argamassas compostos com adição de sílica ativa. **Tese** (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

KURANCHIE, F. A.; SHUKLA, S. K.; HABIBI, D.; MOHYEDDIN, A., Utilisation of iron ore tailings as aggregates in concrete. **Cogent Engineering**, v. 2, n. 1, 2015.

KWAN, A.K.H.; MORA, C.F, Effects of various shape parameters on packing of aggregate particles, **Magazine of Concrete Research**, v. 53, p. 91-100, 2001.

KWAN, A.K.H; CHAN, K. W.; WONG, V., A 3-parameter particle packing model incorporating the wedging effect, **Powder Technology**, v. 237, p. 172-179, 2013.

LEE, B. J.; KEE, S.-H.; OH, T.; KIM, Y.-Y. Effect of Cylinder Size on the Modulus of Elasticity and Compressive Strength of Concrete from Static and Dynamic Tests. **Advances in Materials Science and Engineering**, p. 1-12, 2015.

LIAO, K. -Y; CHANG, P.-K.; PENG, Y.-N.; YANG, C.-C., A study on characteristics of interfacial transition zone in concrete, **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 6, p. 977-989, 2004.

LIMA, R. M. F.; LOPES, G. M.; GONTIJO, C. F.. Aspectos mineralógicos, físicos e químicos na flotação catiônica inversa de minério de ferro de baixos teores, do Quadrilátero

Ferrífero – MG. **Tecnologia Metalurgia Materiais e Mineração**, v. 8, n. 2, p.126–31, 2011.

LIU, W.; XU, X.; AN, Y. Study on the Sprayed Concrete with Iron Tailings. **Advanced Materials Research**, v. 347–353, p. 1939–1943, 2012.

LONDERO, C.; LENZ, L. A.; DOS SANTOS, Í. M. R.; KLEIN, N. S., Determination of the particle packing of granular systems composed with the Brazilian standard sand from IPT: comparison between models for particle size distribution optimization and random compositions, **Cerâmica**, v. 63, p. 22-33, 2017.

LUO L.; ZHANG Y.;BAO S.; CHEN T., Utilization of Iron Ore Tailings as Raw Material for Portland Cement Clinker Production, **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2016, 6 p., 2016.

LUZ, A. B. da; LINS, F. A. F., **Tratamento de Minérios**, Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Ministério da Ciência e Tecnologia, 5ª ed., cap. 1, Rio de Janeiro, 2010.

MAGALHÃES, L. F.; MORAIS, I. S.; ESTEVES JUNIOR, M. A.; MELO, A. C.; MAIA, A. L. F; BEZERRA, A. C. S., Resistência ao ataque ácido de cimento Portland com adição de rejeito de minério de ferro, IBRACON, 59º Congresso Brasileiro de Concreto, **Anais**, out/nov, 2017.

MAGALHÃES, L. F.; MORAIS, I. S.; LARA, L. F. S.; RESENDE, D. S.; MENEZES, R. M. R. O.; AGUILAR, M. T. P.; BEZERRA, A. C. S. Iron Ore Tailing as Addition to Partial Replacement of Portland Cement, **Materials Science Forum**, v. 930, p. 125-130, 2018.

MARTINI, R. J.; CAETANO, T. R.; SANTOS, H. DE A.; ARANHA, P. R. A., Deposição de rejeitos de minério de ferro em reservatórios: uma aplicação do método GPR, **Ambiente & Água - An Interdisciplinary Journal of Applied Science**, v. 11, n. 4, 2016.

MCPOLIN, D. O.; BASHEER, P. A. M.; LONG, A. E. Carbonation and pH in Mortars Manufactured with Supplementary Cementitious Materials. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 21, n. 5, p. 217–225, 2009.

MEDEIROS-JUNIOR, R. A. AND LIMA, M. G., Electrical resistivity of unsaturated concrete using different types of cement, **Construction and Building Materials**, v. 107, p. 11-16, 2016.

MENDES, E. S. S.; OLIVEIRA, R. L. N.; CREMONEZ, C.; PEREIRA, E.; PEREIRA, E.; MEDEIROS JÚNIOR, R. A., Electrical resistivity as a durability parameter for concrete design: Experimental data versus estimation by mathematical model, **Construction and Building Materials**, v. 192, p. 610-620, 2018.

METHA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto Microestrutura, Propriedades, e Materiais**, 3a ed. São Paulo: Pini, 2008.

MONTGOMERY, D. C; RUNGER, G. C. Estatística e probabilidade para engenheiros, 5ª edição, Editora LTC, 2014.

- MOTA, J. M. F.; OLIVEIRA, R. A.. Modelo de reforço com argamassa armada com adição de pozolana para alvenaria resistente. 5º Congresso Brasileiro do Concreto, **Anais**, p. 1-10. Out/nov, 2013.
- NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**; Trad. GIAMUSSO, S. E. 2. ed. São Paulo, Pini, 1997.
- OLIVER, W. C. AND PHARR, G. M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 6, p. 1564–1583, 1992.
- OSINUBI, K. J.; YOHANNA, P.; EBEREMU, A. O. Cement modification of tropical black clay using iron ore tailings as admixture. **Transportation Geotechnics**, v. 5, p. 35–49, 2015.
- PACHECO J.; BILESKY P.; MORAIS T. R.; GRANDO F.; HELENE P., Considerações sobre o Módulo de Elasticidade do Concreto. **Anais 56º Congresso Brasileiro do Concreto CBC2014**, 2014.
- PEIXOTO, R. F.; MENDES, J. C.; FONTES, W. C.; BASTOS, L. A. C.; SANT’ANNA, J. N.; SANTOS, D. H., Utilização de rejeito de barragem de minério de ferro na construção civil. Relatório Técnico Reciclos, UFOP, p. 56, 2016.
- PELISSER, F.; GLEIZE, P. J. P.; MIKOWSKI, A., Effect of the Ca/Si Molar Ratio on the Micro/nanomechanical Properties of Synthetic C-S-H Measured by Nanoindentation, **The Journal of Physical Chemistry**, v. 116, p. 17219-17227, 2012.
- PENA, E. Q.; VIEIRA, C. B.; SILVA, C. A.; SILVA, F. G., Aplicação do método de adsorção de nitrogênio para caracterização dos parâmetros de porosidade de pellet feed de minérios de ferro. VII SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MINÉRIO DE FERRO, Ouro Preto, MG, Brasil. **Anais...** São Paulo: ABM, p. 473-482, 2008.
- PHARR, G. M. AND BOLSHAKOV, A., Understanding nanoindentation unloading curves. **Journal of Materials Research**, v. 17, n. 10, p. 2660–2671, 2002.
- PIRES, P. F., Estudo da carbonatação avançada em concretos contendo adições minerais, **Dissertação** (Mestrado), Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2016.
- PU, Q.; JIANG, L.; XU, J.; CHU, H.; XU, Y.; ZHANG, Y., Evolution of pH and chemical composition of pore solution in carbonated concrete, **Construction and Building Materials**, v. 28, p. 519-524, 2012.
- QUARESMA, L. F., Perfil da Mineração de Ferro, Desenvolvimento de Estudos para Elaboração do Plano Duodecenal (2010 - 2030) de Geologia, Mineração e Transformação Mineral, Relatório Técnico 18, Ministério de Minas e Energia (MME), Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral – SGM, 2009. Disponível em: http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256650/P09_RT18_Perfil_da_Mineraxo_de_Ferro.pdf/e9ef3b57-cdbd-4166-b39d-f0f26f28e3ca. Acesso em: 24/10/2019.

- RAMEZANIANPOUR, A. A.; PILVAR, A.; MAHDIKHANI, M.; MOODI, F. Practical evaluation of relationship between concrete resistivity, water penetration, rapid chloride penetration and compressive strength, **Construction and Building Materials**, v. 25, p. 2472-2479, 2011.
- RIBEIRO, D. V.; SALES, A.; SOUSA, C. A. C.; ALMEIDA, F. C. R.; CUNHA, M. P. T.; LOURENÇO, M. Z.; HELENE, P., **Corrosão em Estruturas de Concreto Armado: Teoria, Controle e Métodos de Análise**, Elsevier, 1^a ed., p. 272, 2014.
- RICHARDSON, I. G. The nature of C-S-H in hardened cements. **Cement and Concrete Research**, v. 29, p. 1131-1147. 1999.
- RILEM - Réunion Internationale des Laboratoires D'essais Et De Recherches Sur Les Matériaux Et Les Constructions. CPC-18: Measurement of hardened concrete carbonation depth. **Materials and Structures**, s. n., p.453-55, 1988.
- RODRIGUES, R. D. S.; ROBERTO, P.; BRANDÃO, G. Influência Da Liberação Mineral Nas Etapas De Moagem. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 14, n. 3, p. 279–287, 2017.
- SALEEM, M.; SHAMEEM, M.; HUSSAIN, S. E.; MASLEHUDDIN, M. Effect of moisture, chloride and sulphate contamination on the electrical resistivity of Portland cement concrete, **Construction and Building Materials**, v. 10, n. 3, p. 209-214, 1996.
- SANJUÁN, M. A., ANDRADE, C., & CHEYREZY, M., Concrete carbonation tests in natural and accelerated conditions. **Advances in Cement Research**, v.15, n. 4, p. 171-180, 2003.
- SANT'ANA FILHO, Joaquim et al. Technical and Environmental Feasibility of Interlockin Concrete Pavers with Iron Ore Tailings from Tailings Dams. **Construction and Building Materials**, v. 29, p. 1-7, jan. 2017.
- SANTOS, M. L. L. O.. **Aproveitamento de resíduos minerais na formulação de argamassas para a construção civil**. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, 2008.
- SASMAL, S.; ANOOP, M. B., Nanoindentation for evaluation of properties of cement hydration products, *Nanotechnology in Eco-efficient Construction, Materials, Processes and Applications*, Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering, 2^a ed, p. 141-161, 2019.
- SATO, N.M.N. **Análise da porosidade e de propriedades de transporte de massa em concreto**. Tese (Doutorado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 163p., 1998.
- SCRIVENER, K. L. AND PRATT, P. L., Back-scattered electron images of polished cement sections in scanning electron microscope. *Proceedings of the 6th International Conference on Cement Microscopy*, Albuquerque, NM, USA, pp. 145-155, 1984.

SCRIVENER, K. L., Backscattered electron imaging of cementitious microstructures: understanding and quantification, *Cement and Concrete Composites*, v 26, p. 935-945, 2004.

SCRIVENER, K. L.; CRUMBIE, A. K.; LAUGESSEN, P. The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface Science*, v. 12, n. 4, p. 411–421, 2004.

SHETTIMA, A. U., AHMAD, Y.; HUSSIN, M. W.; MUHAMMAD, N. Z.; BABATUDE, O. E., Strength and Microstructure of Concrete with Iron Ore Tailings as Replacement for River Sand, **E3S Web of Conferences, International Conference on Civil and Environmental Engineering**, v. 34, 2018.

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

SHI, C. Effect of mixing proportions of concrete on its electrical conductivity and the rapid chloride permeability test (ASTM C1202 or ASSHTO T277) results, **Cement and Concrete Research**, v. 34, n 3, p. 537–545, 2004.

SILVA, F.L.; ARAÚJO, F.G.S.; TEIXEIRA, M.P.; GOMES, R.C.; VON KRUGER, F.L. Study of the recovery and recycling of tailings from the concentration of iron ore for the production of ceramic. **Ceramics International**, v. 40, n. PB, p. 16085–16089, 2014.

SILVA, P. M. A., VIANA, P. J., e CAVALCANTE, L. B. A., Diagnóstico dos Resíduos Sólidos da Atividade de Mineração de Substâncias Não Energéticas – Relatório de Pesquisa, Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (Ipea), Brasília, 2012.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO (SNIC). Produção Regional de 2018. Disponível em: <http://snic.org.br/assets/pdf/numeros/1565120104.pdf>. Acesso em 13 de agosto de 2019.

SING, K. S. W., EVERETT, D. H., HAUL, R. A. W., MOSCOU, L., PIEROTTI, R. A., ROUQUÉROL, J., SIEMIENIEWSKA, T. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. **Pure & Applied Chemistry (International Union of Pure and Applied Chemistry - IUPAC)**, v. 57, n° 4, p. 603 – 619, 1985.

SING, K. S. W.; EVERETT, D. H.; HAUL, R. A. W.; MOSCOU, L.; PIEROTTI, R. A.; ROUQUÉROL, J.; SIEMIENIEWSKA, T., Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface área and porosity, **Pure & Applied Chemistry**, v. 57, n. 4, p. 603-619, 1985.

SOUZA, C.C.; VIEIRA, C.M.F.; MONTEIRO, S.N.; Alterações microestruturais de cerâmica argilosa incorporada com rejeito de minério de ferro. **Revista Matéria**, v. 13, n. 1, pp. 194 – 202, 2008.

TANG, C.; LI, K.; NI, W.; FAN, D.. Recovering Iron from Iron Ore Tailings and Preparing Concrete Composite Admixtures. **Minerals**, v. 9, n. 232, 2019.

THE GUARDIAN, Brazil's mining tragedy: was it a preventable disaster?. Disponível em: <https://www.theguardian.com/sustainable-business/2015/nov/25/brazils-mining-tragedy-dam-preventable-disaster-samarco-vale-bhp-billiton>. Acesso em: 06/11/2019.

TIAN Z.; ZHAO Z.; DAI C.; LIU S., Experimental Study on the Properties of Concrete Mixed with Iron Ore Tailings, **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2016, 9 p., 2016.

TUUTTI, K. Corrosion of steel in concrete. Stockholm: Swedish Cement and Concrete Research Institute, 1982.

UNITED STATE GEOLOGICAL SURVEY (USGS). National Minerals Information Center – Mineral Commodity Summaries, 2020. Disponível em: <https://www.usgs.gov/centers/nmic/iron-ore-statistics-and-information>. Acesso em: 10/01/2021.

VANDAMME, M.; ULM, F.-J., Nanogranular origin of concrete creep. **Proceedings of National Academy of Sciences of the USA (PNAS)**, v. 106, p. 10552-10557, 2009.

WANG, Y. S. E DAI, J. G., X-ray computed tomography for pore-related characterization and simulation of cement mortar matrix, **NDT&E International**, v. 86, p. 28-35, 2017.

WEISHI, L., GUOYUAN, L., YA, X., QIFEI, H. The properties and formation mechanisms of eco-friendly brick building materials fabricated from low-silicon iron ore tailings. **Journal of Cleaner Production**, v. 204, p. 685–692, 2018.

WHITING, D.A. AND NAGI, M.A., Electrical resistivity of concrete: A literature review, PCA R&D Serial No. 2457, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 57 p., 2003.

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

XIAOXIN, F. et al. Investigation of Drying Shrinkage of concrete prepared with iron mine tailings. **Key Engineering Materials**, v. 477, p. 37–41, 2011.

XIONG, C., LI, W., JIANG, L., WANG, W., GUO, Q. Use of grounded iron ore tailings (GIOTs) and BaCO₃ to improve sulfate resistance of pastes. **Construction and Building Materials**, v. 150, p. 66–76, 2017.

XU, J.; CORR, D. J.; SHAH, S. P., Nanomechanical investigation of the effects of nanoSiO₂ on C–S–H gel/cement grain interfaces, **Cement and Concrete Composites**, v. 61, p. 7-17, 2015.

YELLISHETTY, M., KARPEB, V., REDDYB, E.H., SUBHASHB, K.N., Ranjitha P.G., Reuse of iron ore mineral wastes in civil engineering constructions: A case study, **Resources, Conservation and Recycling**, v. 52, p. 1283–1289, 2008.

YI, Z., SUN, H, WEI, X., LI, C. Iron ore tailings used for the preparation of cementitious material by compound thermal activation. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**. 16, 355–358, 2009.

YU, L.; ZHANG, J.; MU, K., Relationships between Compressive Strength and Microstructure in Mortars with Iron Ore Tailings as Fine Aggregate, **Applied Mechanics and Materials**, v. 188, p. 211-218, 2012.

YUNHONG, C. *et al.* Test research on the effects of mechanochemically activated iron tailings on the compressive strength of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 118, p. 164–170, 2016.

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

ZHOU, M. *et al.* Volcanic activity and thermal excitation of rich-silicon iron ore tailing in concrete. **Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.**, v. 32, n. 2, p. 365–372, 2017.