

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Construção Civil

Filipe Siqueira Mazzaro

**INFLUÊNCIA DO REJEITO DE MINERAÇÃO DE NIÓBIO NA DURABILIDADE
DE MATRIZES CIMENTÍCIAS**

Belo Horizonte

2022

Filipe Siqueira Mazzaro

**INFLUÊNCIA DO REJEITO DE MINERAÇÃO DE NIÓBIO NA DURABILIDADE
DE MATRIZES CIMENTÍCIAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Construção Civil da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Construção Civil.

Orientador: Prof. Dr. Fernando do Couto Rosa
Almeida

Belo Horizonte

2022

M477i

Mazzaro, Filipe Siqueira.

Influência do rejeito de mineração de nióbio na durabilidade de matrizes cimentícias [recurso eletrônico] / Filipe Siqueira Mazzaro. – 2022. 1 recurso online (148 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Fernando do Couto Rosa Almeida.

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

Bibliografia: f. 136-148.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Construção civil - Teses. 2. Materiais de construção - Teses. 3. Resíduos - Teses. 4. Nióbio - Teses. 5. Barita - Teses. 6. Magnetita - Teses. 7. Argamassa - Teses. 8. Durabilidade (Engenharia) - Teses. 9. Reaproveitamento (Sobras, refugos, etc.) - Teses. I. Almeida, Fernando do Couto Rosa. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 691(043)

ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CONSTRUÇÃO CIVIL Nº 237 DO ALUNO FILIPE SIQUEIRA MAZZARO.

Às oito horas do dia treze de maio de dois mil e vinte e dois, reuniu-se, por meio de sistema de interação de áudio e vídeo em tempo real (plataforma MS Teams) a Comissão Examinadora de Dissertação de Mestrado, aprovada *ad referendum* pelo Coordenador do Curso de Mestrado em Construção Civil - EE.UFMG, Prof. Dr. Eduardo Chahud, para julgar, em exame final, o trabalho intitulado “**INFLUÊNCIA DO REJEITO DE MINERAÇÃO DE NIÓBIO NA DURABILIDADE DE MATRIZES CIMENTÍCIAS**”, 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. Fernando do Couto Rosa Almeida**, após dar a conhecer aos presentes o teor das Normas Regulamentares do Trabalho Final, passou a palavra ao candidato para apresentação do seu trabalho. Seguiu-se a arguição pelos examinadores, com a respectiva defesa do candidato. Logo após, sem a participação do candidato na transmissão, houve o julgamento e expedição do resultado pela Comissão. Foram atribuídas as seguintes indicações:

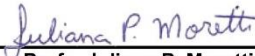
PROF. FERNANDO DO COUTO R. ALMEIDA (Orient.)	(x) APROVADO () REPROVADO
PROFA. JULIANA PETERMANN MORETTI	(x) APROVADO () REPROVADO
PROF. WHITE JOSÉ DOS SANTOS	(x) APROVADO () REPROVADO

Pelas indicações dos membros acima, o candidato foi considerado APROVADO. Caso tenham sido sugeridas correções no trabalho, conforme pareceres anexos, o candidato 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 ao candidato pelo Presidente da Comissão. Nada mais havendo a tratar, o Presidente encerrou a transmissão e lavrou a presente ATA, que será assinada por todos os membros participantes da Comissão Examinadora. Belo Horizonte, treze de maio de dois mil e vinte e dois.

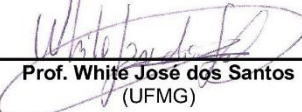
Assinaturas da Comissão:



Prof. Fernando C.R. Almeida
(Orientador - UFMG)



Profa. Juliana P. Moretti
(UNIFESP)



Prof. White José dos Santos
(UFMG)

Eduardo Chahud
Assinado de forma digital por Eduardo Chahud
Dados: 2022.05.14 10:47:32 -03'00'

Prof. Dr. Eduardo Chahud / Profa. Dra. Maria Teresa Paulino Aguiar
Coordenação do Curso de Mestrado em Construção Civil
ESCOLA DE ENGENHARIA/UFMG

Aos meus pais e ao meu irmão,
com carinho.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelas bênçãos e, principalmente, pela saúde.

Aos meus pais e ao meu irmão, pelo amor incondicional, carinho, incentivo e confiança.

À Danielle, pelo amor, carinho e companheirismo.

Ao Prof. Dr. Fernando Almeida, pela oportunidade concedida a mim e, sobretudo, pela amizade, carinho, respeito, confiança, apoio e incentivo. Agradeço também pelo amplo suporte em todos os momentos da pesquisa e pelo exemplo de profissional e de ser humano.

Aos professores componentes da banca, Dra. Juliana Moretti e Dr. White dos Santos, pelas relevantes contribuições para o desenvolvimento da pesquisa.

Aos professores do DEMC/UFMG, sobretudo à Dra. Dayana Garcia e ao Dr. White dos Santos, pelo suporte ao longo da pesquisa.

Às alunas de iniciação científica, Laura Melo, pelo grande apoio nas atividades laboratoriais, e Jordane Alves, pelo apoio nas análises do empacotamento teórico de partículas. Aos laboratoristas Ricardo, Léo e Dedé, pelo apoio nos ensaios.

Aos amigos e professores do Laboratório de Materiais de Construção Civil e Mecânica, pelo apoio no decorrer da pesquisa.

À mineradora, pelo envio dos rejeitos e pela confiança.

Ao laboratorista Alberto, ao Artur, aluno de iniciação científica, e ao Prof. Dr. Luiz Cláudio do DEMIN/UFMG, pelo apoio na moagem e no peneiramento do pó de pedra.

Ao Prof. Dr. Marcos Abrantes, pelo apoio auxílio na execução do ensaio de atenuação da radiação e pela contribuição na sistematização dos resultados.

Aos professores do DEN/UFMG, Dr. Arno Heeren, Dr. Clarysson Alberto e Dra. Antonella Lombardi, pela contribuições no ensaio de atenuação da radiação.

Ao grupo de pesquisa MCMEG do DEN/UFMG, especialmente à Profa. Dra. Telma Fonseca e aos alunos Elydio Soares e Carlos Eduardo, pela colaboração no monitoramento da radiação emitida pelos materiais.

Ao Prof. Dr. Augusto Bezerra (CEFET/MG) e a seus alunos, pelo apoio na utilização dos equipamentos para o ensaio em elevadas temperaturas.

Ao DEMC/UFMG, especialmente à secretária Camila, por todo o suporte e pelo atendimento.

Aos familiares e amigos, pelo carinho e apoio.

Ao Prof. Dr. Ayrton Hugo (PUC Minas), pela amizade e pelo incentivo à pesquisa desde a época da graduação.

Aos amigos da PUC Minas, do CEFET/MG e do MPF, pelo apoio.

RESUMO

A extração e o processamento de minérios são uma das principais atividades produtivas do Brasil. No entanto, esse setor pode causar diversos impactos ambientais, como poluição do ar, contaminações do lençol freático, supressão da vegetação, degradação do solo e do relevo e prejuízo à fauna e à flora. Nesse contexto, a mineração do nióbio possui uma posição de destaque no país, uma vez que mais de 90% da produção mundial se encontram em jazidas brasileiras. Os resíduos desse processamento (provenientes das etapas de separação magnética, deslamagem e flotação) são descartados em barragens de rejeitos, mas podem ter potencial aplicação em materiais de construção. Portanto, o objetivo deste estudo é avaliar a durabilidade de matrizes cimentícias com rejeitos de mineração de nióbio em substituição parcial ao material de preenchimento e ao agregado miúdo convencional. Os materiais foram caracterizados quimicamente e fisicamente, verificando-se que as amostras de rejeitos são ricas em barita e em magnetita/hematita, com alto teor de finos e elevada massa específica. A incorporação dos rejeitos ocorreu em substituições referentes a 25, 50 e 75% (em volume) ao filler e à areia natural em argamassas cimentícias. Foram analisadas as propriedades físico-mecânicas, bem como os parâmetros de durabilidade, tais como carbonatação, pH da solução dos poros, penetração de cloretos, condutividade elétrica da solução dos poros, resistividade elétrica, resistência a elevadas temperaturas e atenuação da radiação. Os resultados físico-mecânicos apontam bom desempenho das argamassas com rejeitos, sobretudo em teores próximos a 50%. Os compósitos com rejeitos em teores acima de 25% apresentaram potencial aplicação em estruturas de concreto pesado. A resistividade elétrica foi reduzida ao se incorporar rejeitos devido à elevada condutividade elétrica da magnetita/hematita. Os comportamentos similares entre a profundidade de carbonatação e a porosidade indicaram teor ótimo entre 25% e 50% de rejeitos. A penetração de cloretos apontou discreto aumento nos teores 50% e 75% de rejeitos. Em elevadas temperaturas, os rejeitos sinalizaram boa estabilidade térmica e baixa capacidade de absorção de água. Quanto à atenuação da radiação, as amostras indicaram desempenho similar em relação ao coeficiente de atenuação linear e à camada semirredutora, além de bom desempenho nos teores 50% e 75% acerca do coeficiente de atenuação mássico. Portanto, os resultados sinalizam bom desempenho nos ensaios físico-mecânicos e de durabilidade em teores com, aproximadamente, 50% de substituição pelos rejeitos, indicando uma alternativa ecoeficiente para os rejeitos da mineração de nióbio.

Palavras-chave: Rejeito de mineração do nióbio. Barita. Magnetita. Argamassa cimentícia. Durabilidade. Aproveitamento de resíduos na construção civil.

ABSTRACT

The operation and processing of ores is one of the main productive activities in Brazil. However, this sector can cause several environmental impacts, such as air pollution, contamination of the water table, suppression of vegetation, soil and relief degradation and damage to fauna and flora. In this context, niobium mining has a prominent position in the country, since more than 90% of the world production is in Brazilian deposits. The residues from this processing (from the magnetic separation, desliming and flotation steps) are disposed of in tailings dams, but may have potential application in construction materials. Therefore, the objective of this study is to evaluate the durability of cement matrices with niobium mining tailings in partial replacement of filler material and conventional fine aggregate. The materials were chemically and physically characterized, verifying that the tailings samples are rich in barite and magnetite/hematite, with a high content of fines and a high specific mass. The incorporation of the tailings occurred in substitutions referring to 25, 50 and 75% (in volume) of filler and natural sand in cementitious mortars. The physical-mechanical properties were analyzed, as well as the durability parameters, such as carbonation, pH of the pore solution, chloride penetration, electrical conductivity of the pore solution, electrical resistivity, resistance to high temperatures and radiation attenuation. The physical-mechanical results point to a good performance of the mortars with tailings, especially at levels close to 50%. The composites with tailings in contents above 25% showed potential application in heavy concrete structures. Electrical resistivity was reduced when incorporating tailings due to the high electrical conductivity of magnetite/hematite. Similar behavior between carbonation depth and porosity indicated an optimal content between 25% and 50% of tailings. The penetration of chlorides showed a slight increase in the levels of 50% and 75% of tailings. At high temperatures, the tailings showed good thermal stability and low water absorption capacity. As for radiation attenuation, the samples showed similar performance in relation to the linear attenuation coefficient and the semi-reducing layer, in addition to good performance in the 50% and 75% contents about the mass attenuation coefficient. Therefore, the results indicate good performance in the physical-mechanical and durability tests at levels with approximately 50% replacement by tailings, indicating an eco-efficient alternative for tailings from niobium mining.

Keywords: Niobium mining tailings. Barite. Magnetite. Cement mortar. Durability. Use of waste in civil construction.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Histórico da crescente produção brasileira de concentrado de nióbio (em toneladas).....	25
Figura 3.2 - Processamento do nióbio.....	26
Figura 3.3 - Representação da frente de carbonatação e alteração do pH do concreto no decorrer do tempo	42
Figura 4.1 - Programa experimental.....	48
Figura 4.2 - Curva de distribuição granulométrica do pó de pedra.....	50
Figura 4.3 - Curva de distribuição granulométrica da areia natural	51
Figura 4.4 - Vista paronâmica da mina.....	52
Figura 4.5 - Rejeitos da mineração do nióbio: (a) concentrado de barita, (b) concentrado de magnetita/hematita	53
Figura 4.6 - Equipamentos para monitoramento da radioatividade dos materiais: (a) medidor de dose, (b) medidor de contaminação da área superficial	55
Figura 4.7 - Monitoramento da dose de radiação (a) pó de pedra, (b) concentrado de barita, (c) areia natural, (d) concentrado de magnetita/hematita	56
Figura 4.8 - Medidor do teor de ar incorporado à argamassa	61
Figura 4.9 - Ensaio de resistência à tração na flexão.....	64
Figura 4.10 - Ensaio de resistência à compressão.....	65
Figura 4.11 - Montagem do equipamento para ensaio de módulo de elasticidade dinâmico.....	66
Figura 4.12 - Ensaio de absorção de água por capilaridade	67
Figura 4.13 - Ensaio de absorção de água por imersão: (a) amostras submersas em água em ebulição, (b) balança hidrostática	68
Figura 4.14 - Montagem do sistema para o ensaio de resistividade elétrica	70
Figura 4.15 - Ensaio de condutividade elétrica: (a) solução no misturador magnético, (b) condutímetro	72
Figura 4.16 – Ensaio de carbonatação acelerada: (a) câmara de carbonatação, (b) amostras submersas em água em ebulição, (c) balança hidrostática	73
Figura 4.17 - Ensaio de carbonatação	73
Figura 4.18 - pHmetro	74
Figura 4.19 - Ensaio profundidade penetração de cloretos.....	75
Figura 4.20 - Forno para ensaio simulador de incêndio	76
Figura 4.21 – Ensaio de resistência à compressão residual	78
Figura 4.22 – Esquema de montagem para ensaio de atenuação da radiação ...	80
Figura 4.23 – Fonte radioativa envolvida pela espuma	81
Figura 4.24 – Ensaio de atenuação da radiação em placas.....	81
Figura 5.1 - Difratograma de raios-X do rejeito à base de barita.....	84
Figura 5.2 - Difratograma de raios-X do rejeito à base de magnetita/hematita	85
Figura 5.3 – Curva granulométrica dos materiais.....	86
Figura 5.4 - Imagem dos grãos com lupa digital (a) cimento, (b) concentrado de barita, (c) pó de pedra, (d) concentrado de magnetita/hematita, (e) areia natural	87
Figura 5.5 - Resultados da análise teórica do empacotamento de partículas para os traços (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50 e (d) F75A75.....	90
Figura 5.6 – Espalhamento no teste de <i>Flow Table</i> da argamassa (a) REF , (b) F25A25 , (c) F50A50 e (d) F75A75	93
Figura 5.7 - Densidade e teor de ar das argamassas no estado fresco	94
Figura 5.8 - Correlação linear entre teor de ar e densidade de massa na argamassa	95

Figura 5.9 - Resistência à compressão das argamassas	96
Figura 5.10 - Resistência à tração na flexão	98
Figura 5.11 - Módulo de Elasticidade dinâmico das matrizes cimentícias.....	100
Figura 5.12 - Correlação da resistência à compressão e do Módulo de elasticidade aos 7 e aos 28 dias	102
Figura 5.13 - Massa específica aparente das argamassas aos 28 dias. Linhas coloridas tracejadas indicam os limites de compósitos cimentícios pesados em diferentes normas técnicas.....	103
Figura 5.14 - Massa específica seca, saturada e real pelo método de absorção de água por imersão	105
Figura 5.15 - Massas específicas teóricas e experimentais nos estados fresco e endurecido.....	106
Figura 5.16 - Absorção de água e índice de vazios das argamassas	106
Figura 5.17 - Correlação Índice de vazios e Absorção aos 7 dias e aos 28 dias	107
Figura 5.18 - Correlação Resistência à compressão e Índice de vazios aos 7 e aos 28 dias.....	108
Figura 5.19 – Absorção por capilaridade com 7 dias de cura	109
Figura 5.20 - Absorção por capilaridade com 28 dias de cura	109
Figura 5.21 - Coeficiente de capilaridade aos 7 e aos 28 dias	110
Figura 5.22 - Resistividade elétrica das argamassas	111
Figura 5.23 - Condutividade elétrica da solução aquosa dos poros	113
Figura 5.24 - Amostras após aspersão de fenolftaleína (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50, (d) F75A75.....	115
Figura 5.25 – Resultados da profundidade de carbonatação	116
Figura 5.26 - Correlação entre Profundidade de carbonatação e Índice de vazios aos 28 dias.....	117
Figura 5.27 - pH da solução dos poros	118
Figura 5.28 - Amostras após aspersão de nitrato de prata (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50, (d) F75A75.....	119
Figura 5.29 - Resultados da frente de penetração de cloretos.....	120
Figura 5.30 - Penetração de cloretos x Absorção por capilaridade	121
Figura 5.31 - Correlação entre Frente de penetração de cloretos e Profundidade de carbonatação, ambos aos 30 dias.....	122
Figura 5.32 - Perda de massa	123
Figura 5.33 - Perda de massa x Índice de vazios.....	125
Figura 5.34 - Posicionamento das amostras no interior do forno	127
Figura 5.35 - Resistência à compressão residual das argamassas	128
Figura 5.36 - Curva de atenuação dos materiais de referência.....	129
Figura 5.37 - Curva de atenuação das argamassas.....	129
Figura 5.38 - Coeficiente de atenuação linear dos materiais de referência e das argamassas.....	130
Figura 5.39 - Coeficiente de atenuação mássico dos materiais de referência e da argamassas.....	130
Figura 5.40 - Camada semirredutora das argamassas	131

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Principais minerais com incidência de nióbio	22
Tabela 3.2 - Produtos e aplicações do nióbio	23
Tabela 3.3 - Estimativa de produção e reservas mundiais de nióbio	24
Tabela 3.4 – Resultados da caracterização química dos rejeitos do processamento do nióbio.....	28
Tabela 3.5 - Testes de aderência.....	31
Tabela 3.6 - Portfólio bibliográfico segundo o mineral, o tipo de incorporação, o material incorporado e o teor de incorporação	32
Tabela 3.7 - Massa específica de amostras com barita e magnetita.....	36
Tabela 3.8 - Causas de deterioração do concreto.....	38
Tabela 3.9 - Efeito da temperatura em matrizes cimentícias	40
Tabela 4.1 - Caracterização do cimento CP V-ARI	49
Tabela 4.2 - Métodos de ensaio para caracterização dos rejeitos	54
Tabela 4.3 - Composição dos traços por consumo de cimento. Substituição dos materiais feita em volume.....	59
Tabela 4.4 - Ensaios realizados para avaliar os parâmetros físicos e mecânicos	63
Tabela 4.5 - Ensaios realizados para avaliar os parâmetros de durabilidade	69
Tabela 4.6 – Recomendações para aquecimento e resfriamento	77
Tabela 5.1 – Caracterização química dos rejeitos.....	83
Tabela 5.2 – Composição mineralógica do rejeito à base de barita e de magnetita/hematita	84
Tabela 5.3 – Resultados da análise granulométrica dos materiais	86
Tabela 5.4 - Massa específica dos materiais	88
Tabela 5.5 - Dose de radiação avaliada dos materiais utilizados na pesquisa.....	89
Tabela 5.6 - Radiação emitida pela área superficial dos materiais	89
Tabela 5.7 - Desvios quadráticos e densidades das misturas ($q=0,25$)	91
Tabela 5.8 - Testes de consistência com diferentes teores de aditivo	92
Tabela 5.9 - Testes finais de consistência	93
Tabela 5.10 - ANOVA para resistência à compressão aos 7 dias.....	96
Tabela 5.11 - ANOVA para resistência à compressão aos 28 dias.....	96
Tabela 5.12 – Resultados do Teste Tukey para resistência à compressão aos 28 dias.....	97
Tabela 5.13 - ANOVA para resistência à tração na flexão aos 7 dias.....	99
Tabela 5.14 - ANOVA para resistência à tração na flexão aos 28 dias.....	99
Tabela 5.15 – Resultados do Teste Tukey para resistência à tração na flexão aos 28 dias.....	99
Tabela 5.16 - Resultados do Teste Tukey para módulo de elasticidade dinâmico	101
Tabela 5.17 - ANOVA para massa específica aparente	103
Tabela 5.18 - Resultados do Teste Tukey para massa específica aparente	104
Tabela 5.19 - Resultados do Teste Tukey para massa específica seca, saturada e real	105
Tabela 5.20 - Resultados do Teste Tukey para a absorção de água	107
Tabela 5.21 – Resultados do Teste Tukey para o índice de vazios	108
Tabela 5.22 - ANOVA para resistividade elétrica	111
Tabela 5.23 - Resultados do teste Tukey para a resistividade elétrica	112
Tabela 5.24 - ANOVA para condutividade elétrica aos 7 dias.....	114
Tabela 5.25 - ANOVA para condutividade elétrica aos 28 dias.....	114

Tabela 5.26 - Resultados do teste Tukey para a condutividade elétrica da solução aquosa dos poros.....	114
Tabela 5.27 - ANOVA para profundidade de carbonatação aos 30 dias.....	116
Tabela 5.28 - Resultados do teste Tukey para a profundidade de carbonatação.....	116
Tabela 5.29 - ANOVA para frente de penetração de cloretos	120
Tabela 5.30 - Resultados do teste Tukey para a penetração de cloretos.....	120
Tabela 5.31 - ANOVA para perda de massa a 300°C	123
Tabela 5.32 - ANOVA para perda de massa a 700°C	123
Tabela 5.33 - Resultados do teste Tukey para a perda de massa a 300°C	124
Tabela 5.34 - Resultados do teste Tukey para a perda de massa a 700°C	124
Tabela 5.35 – Corpos de prova após ensaio a elevadas temperaturas	126

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

a/c	-	Relação água/cimento
AASHTO	-	American Association of State Highway and Transportation Officials
ABNT	-	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANM	-	Agência Nacional de Mineração
ANOVA	-	Análise de Variância
BSI	-	British Standards Institution
CBMM	-	Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
CEFET	-	Centro Federal de Educação Tecnológica
CH	-	Hidróxido de Cálcio – Portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)
CNEN	-	Comissão Nacional de Engenharia Nuclear
cps	-	Contagens por segundo
DEMC	-	Departamento de Engenharia de Materiais e Construção Civil
DEN	-	Departamento de Engenharia Nuclear
DNPM	-	Departamento Nacional de Produção Mineral
DNIT	-	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DRX	-	Difração de Raios-X
IBRAM	-	Instituto Brasileiro de Mineração
IPEA	-	Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada
MCMEG	-	Monte Carlo Modelling Expert Group
NaCl	-	Cloreto de sódio
NBR	-	Norma Brasileira
NM	-	Norma Mercosul
RILEM	-	International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures
SEMAD	-	Secretaria de Estado de Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável
Teste T	-	Teste de Tukey
UFMG	-	Universidade Federal de Minas Gerais
ZTI	-	Zona de Transição Interna

LISTA DE SÍMBOLOS

A	-	Ampére
AgCl	-	Cloreto de prata
AgNO ₃	-	Nitrato de prata
CaCO ₃	-	Carbonato de cálcio
Ca(OH) ₂	-	Hidróxido de cálcio
cm	-	centímetro
cm ²	-	centímetro quadrado
cm ² /g	-	centímetro quadrado por grama
cm ³	-	centímetro cúbico
C-S-H	-	Silicato de Cálcio Hidratado
C ₃ A	-	Aluminato tricálcico
C ₃ S	-	Silicatio bicálcico
C ₃ S	-	Silicatio tricálcio
C ₄ AF	-	Ferroaluminato tetracálcico
g	-	grama
GPa	-	gigapascal
g/cm ²	-	grama por centímetro quadrado
g/cm ³	-	grama por centímetro cúbico
h	-	hora
Hz	-	Hertz
Kg	-	quilograma
Kg/L	-	quilograma por litro
Kg/m ³	-	quilograma por metro cúbico
Km	-	quilômetro
KVA	-	quilovolt ampere
Kw/Kcal	-	quiloWatt por quilocaloria
L	-	litro
ln	-	logaritmo neperiano
M	-	molar
m	-	metro
ml	-	mililitro

m^2	- metro quadrado
m^2/Kg	- metro quadrado por quilograma
m^3	- metro cúbico
min	- minuto
mm	- milímetro
mm^2	- milímetro quadrado
MPa	- megaPascal
mSv/h	- milisievert por hora
μ	- micro
μm	- micrômetro
$\mu Sv/ano$	- microsievert por ano
$\mu Sv/h$	- microsievert por hora
N	- Newton
$\Omega.m$	- Ohm metro
pH	- Potencial de hidrogênio
s	- segundo
Sv	- sievert
t	- tonelada
V	- Volts
\emptyset	- diâmetro
$^{\circ}C$	- graus Celsius
$^{\circ}C/min$	- graus Celsius por minuto
^{241}Am	- Amerício - 241
^{137}Cs	- Césio - 137

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	18
2.	OBJETIVOS	20
3.	NIÓBIO E OS REJEITOS DO SEU PROCESSAMENTO	21
	3.1. Características gerais do nióbio.....	21
	3.2. A extração do nióbio.....	23
	3.3. Rejeitos do beneficiamento do nióbio	25
	3.4. Potenciais aplicações dos rejeitos em matrizes cimentícias	29
	3.4.1. Parâmetros utilizados para a revisão sistemática da literatura.....	30
	3.4.2. Propriedades mecânicas e físicas.....	33
	3.4.3. Parâmetros de durabilidade	37
	3.4.4. Considerações gerais	47
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	48
	4.1. Materiais.....	49
	4.1.1. Ligante.....	49
	4.1.2. Material de preenchimento convencional (filer)	49
	4.1.3. Agregado miúdo convencional	51
	4.1.4. Rejeitos do processamento de nióbio	52
	4.1.5. Água de amassamento	53
	4.1.6. Aditivo superplastificante	53
	4.2. Métodos de caracterização dos rejeitos	54
	4.3. Dosagem e produção das argamassas	56
	4.4. Métodos de ensaios das argamassas	60
	4.4.1. Propriedades no estado fresco	60
	4.4.2. Propriedades físico-mecânicas	62
	4.4.3. Parâmetros de durabilidade	69
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	83
	5.1. Caracterização dos materiais	83
	5.1.1. Caracterização química e mineralógica	83
	5.1.2. Granulometria e morfologia das partículas.....	85
	5.1.3. Densidade das partículas.....	88
	5.1.4. Radiação emitida pelos materiais	88
	5.2. Análise teórica do empacotamento de partículas	89
	5.3. Propriedades no estado fresco.....	92
	5.4. Propriedades físico-mecânicas.....	95
	5.4.1. Resistência à compressão	95
	5.4.2. Resistência à tração na flexão	98
	5.4.3. Módulo de elasticidade dinâmico	100

5.4.4. Massa específica	102
5.4.5. Absorção de água e índice de vazios	106
5.4.6. Absorção por capilaridade e coeficiente de capilaridade.....	109
5.5. Parâmetros de durabilidade	110
5.5.1. Resistividade elétrica	111
5.5.2. Condutividade elétrica da solução dos poros	113
5.5.3. Profundidade de carbonatação e pH da solução dos poros	115
5.5.4. Profundidade de penetração de cloretos.....	119
5.5.5. Exposição a elevadas temperaturas	122
5.5.6. Atenuação da radiação	129
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	132
6.1. Conclusões	134
6.2. Sugestões para trabalhos futuros	135
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	136

1. INTRODUÇÃO

A extração e o processamento mineral são algumas das principais atividades produtivas do Brasil. Em 2020, o setor de mineração atingiu o faturamento de R\$ 209 bilhões, cujo aumento, em comparação a 2019, atingiu 31% (BRASIL, 2020). Dentre a produção nacional, o nióbio tem contribuído gradativamente com o crescimento desse setor, uma vez que o país detém mais de 90% das reservas mundias conhecidas em atividade (IBRAM, 2020). O nióbio possui muitas aplicações na construção civil e nas indústrias siderúrgica, automobilística e de alta tecnologia (CBMM, 2016; PEREIRA JÚNIOR, 2009; VASCONCELOS; CHAVES, 2016). Segundo Brasil (2019b), em 2018, as exportações da liga ferro-nióbio corresponderam a mais de US\$ 2 bilhões. Estima-se que a participação do nióbio na produção de minério nacional será ainda mais ampliada, uma vez que Brasil e Japão assinaram, em 2021, um memorando de cooperação para explorar novas tecnologias e aplicações desse minério (BRASIL, 2021).

Entretanto, o setor de mineração possui um elevado impacto no meio ambiente. Esses problemas podem estar relacionados à poluição do ar, da água e sonora, à supressão da vegetação, à degradação do solo e do relevo, além de prejuízos à fauna e à flora. Acerca da mineração do nióbio, os resíduos dessa produção são geralmente descartados em barragens de rejeitos, as quais podem causar sérios danos ambientais (G1, 2019). Além disso, rejeitos de sulfato de bário e de outros elementos de elevada densidade que, sem o manejo adequado, são considerados fontes potenciais de impacto ambiental adverso, pela possível contaminação do lençol freático (PINTO *et al.*, 2011; SILVA, 2019).

Ainda nesse cenário ambiental, deve-se destacar o impacto causado pela construção civil. A produção de concretos e de materiais à base de cimento demandam, anualmente, cerca de 30 Gton de materiais, além de serem responsáveis pela geração de 8% das emissões de gases que agravam o efeito estufa (HABERT *et al.*, 2020; MILLER; MOORE, 2020). A obtenção de agregados naturais tem se tornado um problema econômico e ambiental, haja vista o esgotamento das jazidas naturais e as restrições impostas pelos órgãos

responsáveis. Isso tem provocado a busca por areia natural até regiões longínquas e, por consequência, elevação do custo com transporte, poluição provocada pelos veículos e degradação de mais áreas de exploração. A extração da areia dos córregos e rios causa assoreamento dos cursos d'água e redução das matas ciliares, prejudicando a fauna e a flora local (SIQUEIRA, 2020).

A indústria da construção civil possui a capacidade de incorporar subprodutos industriais na fabricação de materiais, sendo tal fator uma potencial solução para mitigar os problemas apresentados (ALMEIDA *et al.*, 2021; BEULAH *et al.*, 2021; SILVA *et al.*, 2021; THEJAS; HOSSINEY, 2022). Em relação à produção do nióbio, rejeitos provenientes das etapas de separação magnética, deslamagem e flotação podem ser ricos em barita e magnetita/hematita, e possuem elevados teores de finos (ALVES, 2015; ALVES; COUTINHO, 2019; LEMOS JUNIOR, 2012). Atualmente, existe uma deficiência na literatura sobre estudos que abordem a aplicação desses resíduos em compósitos cimentícios, sobretudo na substituição de agregados miúdos para produção de argamassas e concretos. Nesse sentido, é de fundamental importância avaliar a durabilidade de matrizes cimentícias contendo rejeitos do processamento do nióbio, uma vez que o desempenho do material é fortemente influenciado pela sua composição e ambiente de exposição. Assim, por meio desta pesquisa, foi possível contribuir para o avanço do conhecimento sobre aplicação de rejeitos minerais em estruturas de concreto duráveis e ecoeficientes.

2. OBJETIVOS

Esta pesquisa tem como objetivo geral avaliar a influência de rejeitos de mineração de nióbio em substituição parcial ao material de preenchimento e ao agregado miúdo convencionais na durabilidade de matrizes cimentícias.

De forma a alcançar o objetivo geral, são elencados os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar dois tipos de rejeitos de mineração de nióbio para incorporação em matrizes cimentícias: concentrado de barita e à base de magnetita/hematita;
- Avaliar as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cimentícios com rejeitos, comparativamente às amostras de referência;
- Avaliar a durabilidade potencial dos compósitos cimentícios com rejeitos frente à exposição a diferentes ambientes agressivos;
- Indicar possíveis aplicações de compósitos cimentícios contendo rejeitos de mineração de nióbio como material de preenchimento e agregado miúdo.

3. NIÓBIO E OS REJEITOS DO SEU PROCESSAMENTO

Este capítulo dedica-se à compreensão do nióbio e dos rejeitos provenientes do seu processamento. Foram apresentadas, inicialmente, as características químicas do nióbio e as principais aplicações desse mineral. Posteriormente, foram apontadas as principais reservas de nióbio, destacando o cenário brasileiro e o histórico da produção nacional. Em seguida, o processamento do nióbio foi apresentado, bem como os rejeitos gerados, especialmente aqueles ricos em barita e em magnetita/hematita, que são objetos deste estudo.

3.1. Características gerais do nióbio

O nióbio (Nb) é um elemento químico que foi descoberto na Inglaterra, em 1801, por Charles Hatchett (WISNIAK, 2015). Inicialmente, colúmbio foi o nome dado ao nióbio, em homenagem a Cristóvão Colombo, uma vez que a amostra da rocha analisada foi extraída do Estado de Connecticut, nos EUA (MELFI *et al.*, 2016). Em 1844, Heinrich Rose, químico alemão, pensou que havia descoberto um novo elemento ao analisar uma tantalita, mineral que se obtém o tântalo, o qual foi descoberto em 1802. Rose, então, denominou tal mineral de nióbio, pois Níobe era a filha do rei Tântalo, na mitologia grega (WISNIAK, 2015). Por fim, em 1950, a fim de encerrar a duplicidade da nomenclatura, a *Internation Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), definiu, oficialmente, o nome nióbio (RAYNER-CANHAM; ZHENG, 2008). No entanto, o nome colúmbio ainda é utilizado em alguns países.

Na tabela periódica, o nióbio está localizado na coluna 5, pertencente à classe dos metais de transição. De acordo com Belay (2018), o nióbio apresenta número atômico 41, massa atômica 92,906 u e raio atômico 0,147 nm. Ele é um metal leve, apresenta estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, densidade 8,57 g/cm³, boa ductilidade à temperatura ambiente, alto ponto de fusão e alta resistência à corrosão (GRILL; GNADENBERGER, 2006).

Pereira Júnior (2009) destaca que o nióbio e o tântalo, devido a forte afinidade geoquímica, são encontrados, majoritariamente, juntos, nas rochas e nos minerais

em que ocorrem. Há mais de 90 espécies minerais de nióbio e tântalo conhecidas. A columbita-tantalita e o pirocloro, que para efeitos de simbologia são representados pela terminologia química Nb_2O_5 , são as principais fontes de nióbio não apenas no Brasil, mas também no mundo. A Tabela 3.1 apresenta as principais espécies minerais de nióbio e tântalo.

Tabela 3.1 - Principais minerais com incidência de nióbio

Mineral	Composição Química	Teor de Nb_2O_5 (%)
	(Fe,Mn) (Nb,Ta) ₂ O ₆ , cujas variações são:	
	Columbita pura: (Fe,Mn)Nb ₂ O ₆	
	Tantalita pura: (Fe,Mn) Ta ₂ O ₆	
Columbita-tantalita	Ferro-columbita: FeNb ₂ O ₆	76
	Manganocolumbita: MnNb ₂ O ₆	
	Ferro-tantalita: FeTa ₂ O ₆	
	Manganotantalita: MnTa ₂ O ₆	
Pirocloro	(Ca,Na) ₂ Nb ₂ O ₆ (OH,F)	71
Bariopirocloro	(Ba,Sr) ₂ (Nb,Ti) ₂ (O,OH) ₇	67
Loparita	(Ce,Na,Ca) ₂ (Ti, Nb) ₂ O ₆	20
Pandaíta	(Ba,Sr) ₂ (Nb,Ti,Ta) ₂ (O,OH,F) ₇	Não informado

Fonte: Adaptado de Andrade (2007); Pereira Júnior (2009); Barbosa (2017)

Segundo Gomes da Silva (2015), na década de 1950, a procura pelo nióbio sofreu um significativo aumento, em função do desenvolvimento de ligas de nióbio para a utilização nas indústrias aeroespacial, nuclear, aeronáutica e siderúrgica. Nas últimas décadas, o nióbio ganhou ainda mais destaque, devido à aplicação nas indústrias de alta tecnologia, com superligas metálicas, e de eletrônicos, com microcapacitores (LOPES *et al.*, 2015). A partir da década de 1990, o nióbio foi utilizado nas pesquisas em catálise heterogênea, que ocorre quando reagentes e produtos estão em estado físico diferente do catalisador, no intuito de ampliar a seletividade e a estabilidade de catalisadores tradicionais (GUERRERO-PÉREZ, 2020). A Tabela 3.2 destaca alguns dos produtos do nióbio e suas aplicações.

Na construção civil, destaca-se a utilização desse elemento em equipamentos de mineração do cimento, em aços estruturais para edifícios industriais e em aços para concreto armado (PEREIRA JÚNIOR, 2009).

Tabela 3.2 - Produtos e aplicações do nióbio

Produto do nióbio	Síntese e Utilizações	Aplicações
Ferro-nióbio	Liga que contém cerca de 66% de nióbio. A proporção de nióbio de centenas de gramas por tonelada de aço, proporcionando aumento de resistência mecânica e tenacidade. Utilizada por siderúrgicas na produção de aços microligados de alta resistência	Carrocerias de automóveis, navios, pontes, viadutos, oleodutos e gasodutos
Óxidos de nióbio	Pó branco utilizado na produção de cerâmicas finas em aplicações especiais de alto valor tecnológico. O óxido de nióbio possui 99% de pureza.	Baterias de carros elétricos, capacitores cerâmicos, catalizadores e lentes de telescópios e de câmeras fotográficas
Ligas de grau vácuo	Formato granulado. Utilizadas na produção de superligas de aço à base de níquel resistentes a elevadas temperaturas	Motores de foguetes e aviões, turbinas terrestres para geração de energia elétrica
Nióbio metálico	Lingotes com concentração de 99% de nióbio. Apresenta propriedade supercondutora e alta resistência à corrosão. Este produto é um dos metais que mais resistem à corrosão, sobretudo em meios ácidos e metais alcalino fundidos	Aceleradores de partículas, aparelhos de ressonância magnética, lâmpadas de alta intensidade para iluminação pública e tomógrafos

Fonte: Adaptado de Pereira Júnior (2009); CBMM (2016) e Vasconcelos e Chaves (2016)

Novas aplicações têm sido elaboradas com a utilização de nióbio. De acordo com Brasil (2019), a liga de nióbio-titânio-zircônio tem sido objeto de estudo de cientistas russos com o propósito de utilizá-la na cura de doenças degenerativas e deformações da coluna vertebral, além de aplicações na traumatologia e na ortopedia. No Brasil, pesquisadores da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) estudaram, recentemente, a aplicação do nióbio em baterias, supercapacitores, combate ao câncer e clareador dental (ARAÚJO, 2019).

3.2. A extração do nióbio

O Brasil detém as maiores reservas mundiais conhecidas de nióbio, seguido por Canadá e Austrália (BRASIL, 2019). Há também potenciais jazidas em Angola, Arábia Saudita, Congo, Dinamarca, Etiópia, EUA, Finlândia, Gabão, Malawi, Nigéria,

Rússia e Tanzânia. O Brasil é também o maior produtor mundial de nióbio, representando mais de 90% da produção mundial (BRASIL, 2019). A Tabela 3.3 apresenta a estimativa da produção e as reservas mundiais de nióbio.

Tabela 3.3 - Estimativa de produção e reservas mundiais de nióbio

País	Produção (t)		Reservas (t)
	2018	2019	
Brasil	59.000	65.000	11.000.000
Canadá	7.700	7.600	1.600.000
EUA	0	0	210.000
Outros países	1.460	1.500	Não disponível
Total mundial (arredondado)	68.200	74.000	> 13.000.000

Fonte: USGS (2020)

No Brasil, as reservas lavráveis de nióbio estão localizadas nos municípios de Araxá (MG), com 13,9 milhões t - Nb₂O₅; Catalão (GO) e Ouvidor (GO), com 161,2 mil t - 0,4 Nb₂O₅; Presidente Figueiredo (AM), com 213,6 mil t – 0,21% Nb₂O₅; e Itapuã do Oeste (RO) e Cujubim (RO), com 16,7 mil t – 0,03% Nb₂O₅ (ANM, 2019a).

No que diz respeito ao consumo, somente o estado de Minas Gerais atende o mercado brasileiro. Segundo Brasil (2019), em Minas Gerais, parte da produção da liga ferro-nióbio padrão (65% de nióbio e 30% de ferro) é destinada às empresas metalúrgicas nacionais. Em relação ao mercado externo, em 2016, o Brasil exportou, aproximadamente, 68.576 t de liga ferro-nióbio (com 47.674 t de nióbio contido) e 599 t de óxido de nióbio, correspondendo a cerca de 1,3 bilhão de dólares (ANM, 2019b). A Figura 3.1 apresenta o histórico da produção brasileira de concentrado de nióbio.

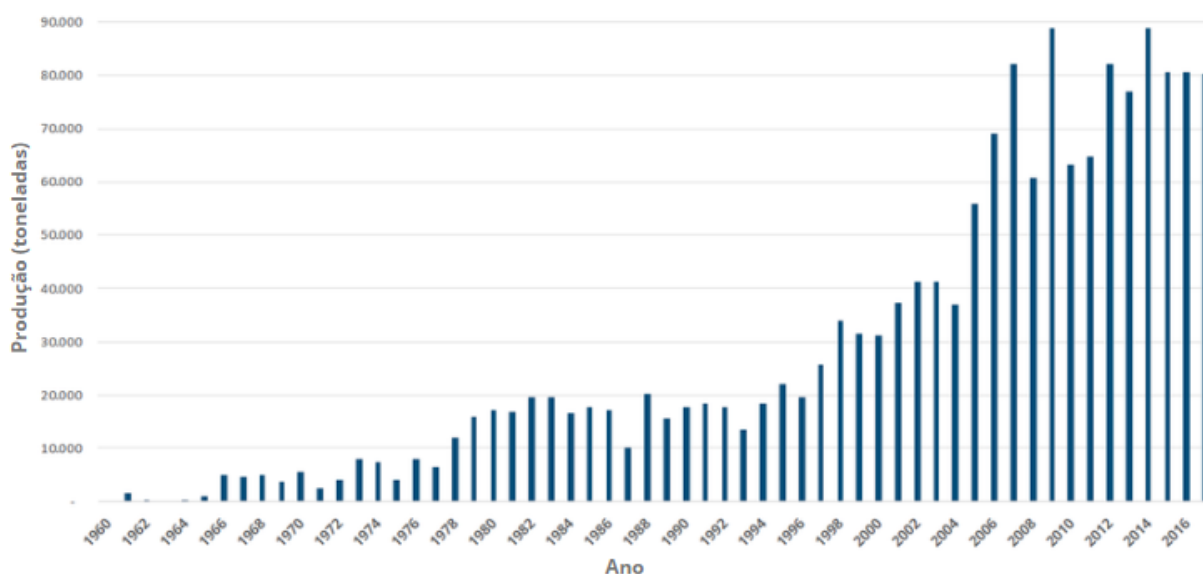


Figura 3.1 – Histórico da crescente produção brasileira de concentrado de nióbio (em toneladas)

Fonte: Costa (2019)

Assim, é possível notar aumentos significativos da produção a partir do ano 1997. Em 2014, foram produzidos 88.771 t; em 2015, 80.465 t; em 2016, 80.669 t e, em 2017, 80.370 t.

3.3. Rejeitos do beneficiamento do nióbio

A Lei nº 12.305/2010, dita Política Nacional de Resíduos Sólidos, conceitua os rejeitos como:

[...] resíduos sólidos que, depois de esgotadas todas as possibilidades de tratamento e recuperação por processos tecnológicos disponíveis e economicamente viáveis, não apresentam outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada (BRASIL, 2010).

Os rejeitos da mineração do nióbio são classificados na NBR 10004 (ABNT, 2004) como classe II A – não inertes (ALVES e COUTINHO, 2019 *apud* SEMAD, 2012). Os resíduos classe II A são aqueles que não se enquadram nas classificações de resíduos classe I – Perigosos ou de resíduos classe II B – Inertes.

A Figura 3.2 apresenta o processo completo de beneficiamento do nióbio, evidenciando os rejeitos gerados em cada etapa.

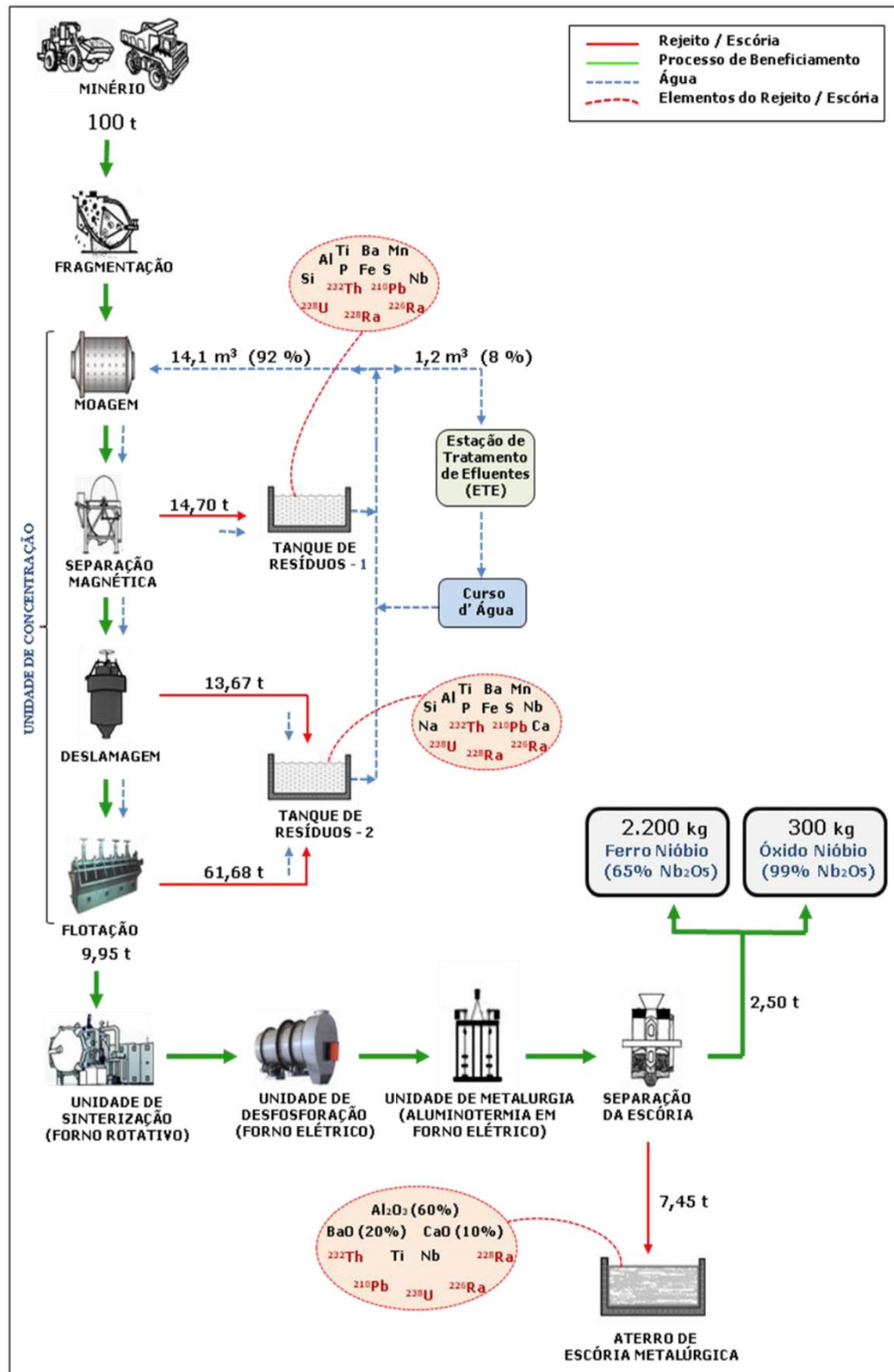


Figura 3.2 - Processamento do nióbio
 Fonte: Alves (2015)

Nota-se que, na Unidade de Concentração, após a fragmentação, há a moagem, a separação magnética, a deslamagem e a flotação (LEMOS JUNIOR, 2012). De acordo com Alves (2015), na fragmentação, o minério é reduzido a uma

granulometria adequada. Na moagem, o alimentador de placas, a peneira vibratória e o britador de impacto trituram o minério. Na separação magnética, a magnetita mineral com alto teor de fósforo é eliminada, enviando apenas o minério não magnético para a etapa seguinte. Posteriormente, na deslamagem, as frações de minério inferiores a 5 μm são removidas e a concentração de nióbio é feita por flotação. Nesse processo, as partículas do minério são expostas a reagentes químicos e coletadas em bolhas provenientes da injeção de ar, sendo que a parcela sólida não incorporada pelas bolhas gasosas é removida. Na unidade de sinterização, o enxofre e a água contidos no concentrado são retirados e, assim, o material é aglomerado (ALVES, 2015; PEREIRA, 2006). Posteriormente, retira-se o fósforo na unidade de desfosforação e, na unidade de metalurgia, o material concentrado refinado é misturado à matéria-prima e aos insumos, como alumínio em pó e ferro, homogeneizado e processado em fornos elétricos (ALVES, 2015). Por último, a escória é retirada e depositada em aterro.

A partir da Figura 3.2 nota-se que 90,05% do minério bruto torna-se rejeito do processamento. O Anuário Mineral Brasileiro (ANM, 2020) indica apenas 2,73% da produção beneficiada em comparação à produção bruta. Segundo IPEA (2012), entre 1996 e 2005, a mineração do nióbio gerou mais de 35 milhões de toneladas de rejeitos no Brasil.

Basicamente, os rejeitos do beneficiamento do nióbio são provenientes das etapas de separação magnética, deslamagem e flotação (ALVES, 2015; LEMOS JUNIOR, 2012). Na etapa de separação magnética, 14,7% se referem aos rejeitos do processamento, sendo a magnetita e a hematita parcelas desse quantitativo, as quais são removidas do minério por separadores magnéticos. Em seguida, na etapa de deslamagem, o minério passa por baterias de ciclones, em que frações granulométricas inferiores a 5 μm são rejeitos (13,67% do total de minério extraído), dentre eles a magnetita e a barita. Por fim, a última etapa da concentração é a flotação, que também gera rejeitos, como hematita/magnetita e barita (ALVES, 2015; ALVES e COUTINHO, 2019; LEMOS JUNIOR, 2012).

A Tabela 3.4 apresenta os principais elementos encontrados por diferentes autores nos resíduos gerados pelos processos de separação magnética, deslamagem e flotação do nióbio.

Tabela 3.4 – Resultados da caracterização química dos rejeitos do processamento do nióbio

Elemento	Lemos Junior (2012)		Alves; Coutinho (2019)		Issa Filho; Riffel; Sousa (2001)
	Rejeito de deslamagem e flotação	Rejeito de magnetita	Rejeito de deslamagem e flotação	Separação magnética	Minério residual
	Teor (%)	Teor (%)	Teor (%)	Teor (%)	Teor (%) ^(*)
Fe	59,5	87,8	59,5	87,8	45,0
Ba	18,5	3,1	18,5	3,1	16,0
Ti	8,3	3,6	8,3	3,6	4,0
S	7,5	2,6	2,1	2,6	7,0
P	2,1	1,0	2,1	1,0	3,7

Nota:

(*) Fe₂O₃, BaO, TiO₂, SO₃; P₂O₅; para Fe, Ba, Ti, S e P, respectivamente.

Fonte: Adaptado de Alves; Coutinho (2019); Issa Filho; Riffel; Sousa (2001); Lemos Junior (2012)

Constata-se que, na etapa de separação magnética, o ferro representa, aproximadamente, 87,8% dos elementos químicos presentes no rejeito, sendo tal componente proveniente da magnetita (Fe₃O₄) e da hematita (Fe₂O₃). Na deslamagem e na flotação, aproximadamente 59,5% corresponde ao ferro, 18,5% ao bário e 2,1% ao enxofre, componentes da barita (BaSO₄). Desses processos, também é obtido os concentrados de barita (BaSO₄).

Em geral, foram encontradas baixas concentrações de nióbio nos rejeitos estudados (abaixo de 0,8%), indicando um efetivo processo de beneficiamento do minério. Em contrapartida, foi possível verificar elevados teores de compostos à base de ferro e de bário para todas as amostras analisadas, com exceção do rejeito de magnetita, que apresentou somente ferro em maior concentração. Em consequência, tais rejeitos apresentaram densidades de partículas sólidas, variando de 4,3 a 4,9 g/cm³ (LEMOS JUNIOR, 2012). Esses valores podem ser considerados relativamente altos se comparados à massa específica de areias convencionais para argamassas e concretos, a qual pode variar de 2,6 a 2,9 g/cm³ (CARASEK *et al.*, 2016).

Além disso, segundo Alves (2015), na composição dos resíduos também foram encontrados sulfato de cálcio (CaSO₄), sulfato de alumínio (Al₂(SO₄)₃), sulfato de

titânio ($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$), sulfato de tório ($\text{Th}(\text{SO}_4)_2$), sulfato de óxido de urânio (UO_2SO_4) e sulfato de nióbio ($\text{Nb}(\text{SO}_4)_2$), além dos isótopos de ^{238}U , ^{232}Th , ^{210}Pb , ^{226}Ra e ^{228}Ra . Os rejeitos de sulfato de bário e da escória metalúrgica da mineradora são fontes potenciais de impacto ambiental e de exposição à radiação. Assim, esses resíduos podem gerar um comprometimento radiológico ambiental, mesmo após o encerramento das operações (ALVES, 2015). Isso intensifica a necessidade de um maior controle da disposição final e possíveis formas de tratamento e de uso alternativo desses materiais.

Portanto, considerando os altos teores de magnetita e de barita na composição química dos rejeitos do processamento do nióbio, foram buscados estudos com possíveis aplicações desses minerais em compósitos cimentícios, conforme apresentado no item subsequente.

3.4. Potenciais aplicações dos rejeitos em matrizes cimentícias

Este tópico aborda o estado da arte das prováveis aplicações dos rejeitos do processamento do nióbio em matrizes cimentícias, tendo em vista poucos estudos relacionados a tal aplicabilidade. Lopes (2018) realizou a substituição do agregado graúdo convencional por estéril escalpado da extração do nióbio, constatando que o rejeito não apresentou alterações significativas na trabalhabilidade e na resistência mecânica dos concretos.

Entretanto, ainda existe uma lacuna no conhecimento sobre o uso de rejeitos de granulometria fina provenientes das etapas de desmagnetização, deslamagem e flotação em compósitos cimentícios, sobretudo na substituição como agregados miúdos. Assim, foram buscados na literatura estudos recentes que analisaram a durabilidade de argamassas e concretos contendo os principais minerais presentes no rejeito de nióbio: barita e magnetita.

3.4.1. Parâmetros utilizados para a revisão sistemática da literatura

A revisão sistemática da literatura é definida como uma síntese de estudos primários que contém objetivos, materiais e métodos claramente explicitados, sendo conduzida de acordo com uma metodologia clara e reprodutível (GREENHALGH, 1997). O levantamento da literatura foi baseado na metodologia ProKnow-C (ENSSLIN *et al.*, 2010). Essa metodologia consiste na seleção do portfólio bibliográfico, na análise bibliométrica, na análise sistêmica e na elaboração dos objetivos da pesquisa (AFONSO *et al.*, 2012). Neste estudo foram realizadas as etapas de definição das palavras-chave, exclusão de artigos repetidos, alinhamento quanto ao título, ao resumo e à leitura integral, classificação quanto ao número de citações e a identificação dos autores com maior número de publicações.

O portfólio bibliográfico foi levantado no Portal de Periódicos CAPES, sem nenhuma adoção de base de dados específica. Inicialmente, foram definidas as palavras-chave a serem adotadas na busca do referencial bibliográfico, combinadas por meio de operadores booleanos. As palavras-chave adotadas foram “*barite*” AND “*mortar*”, “*barite*” AND “*durability*”, “*barite*” AND “*concrete*”, “*magnetite*” AND “*mortar*”, “*magnetite*” AND “*durability*”, “*magnetite*” AND “*concrete*”. Em seguida, foram utilizados os seguintes filtros de busca: data de publicação entre 01/04/2016 e 01/04/2021, tipo de material considerado somente artigo, revisados por pares e, por fim, ordenados por relevância. Alguns critérios de inclusão foram adotados, como o uso da magnetita/barita em concretos e/ou argamassas e o uso da magnetita/barita como adição ou substituição de agregados e de cimento. O critério de exclusão adotado se restringiu àqueles artigos que analisaram somente a proteção radiológica ou os parâmetros mecânicos, mas sem avaliar a durabilidade do material.

Após o uso das palavras-chave definidas e dos filtros utilizados no Portal de Periódicos CAPES, foi realizado um levantamento do quantitativo de artigos. Nota-se, a partir da Tabela 3.5, que foram obtidos 4.374 artigos. Esse número se deve ao fato da escolha de termos mais abrangentes. Ao utilizar termos mais específicos, a base de dados encontrou poucos estudos, como o termo “*barite*” AND “*magnetite*” AND (“*concrete*” OR “*mortar*”), que resultou somente em 20 artigos, sendo essas

referências irrelevantes ao objeto deste estudo. Após essa etapa, verificou-se o alinhamento do título, do resumo e da leitura integral ao objetivo do estudo.

Tabela 3.5 - Testes de aderência

Palavra-chave	Nº de artigos	Nº de artigos após aderência ao título	Nº de artigos após aderência ao resumo	Nº de artigos após a leitura integral
"barite" AND "mortar"	327	47	20	1
"barite" AND "durability"	179	45	23	5
"barite" AND "concrete"	386	67	47	6
"magnetite" AND "mortar"	1.344	95	29	4
"magnetite" AND "durability"	1.081	69	20	3
"magnetite" AND "concrete"	1.057	54	42	8

Fonte: Dados da pesquisa

Após a realização da pesquisa na base de dados, foram encontrados 10 artigos relacionados à barita, 9 artigos relacionados à magnetita e 8 a ambos os minerais, totalizando 27 artigos relativos ao tema da pesquisa. A partir disso, a Tabela 3.6 apresenta tais publicações, o tipo de mineral (barita ou magnetita), o tipo de compósito, o tipo de incorporação, o material incorporado e o teor de incorporação.

A partir da Tabela 3.6 é possível observar que os estudos analisaram, preponderantemente, a substituição dos agregados pela barita e/ou magnetita em concretos. Os teores de incorporação foram diversos, mas prevaleceu a substituição total.

Tabela 3.6 - Portfólio bibliográfico segundo o mineral, o tipo de incorporação, o material incorporado e o teor de incorporação

Referência	Mineral ⁽¹⁾	Tipo de compósito	Tipo de Incorporação ⁽²⁾	Teor de Incorporação ⁽⁴⁾
Arel; Aydin; Kore (2017)	B / M		Review	
El-Samrah; Abdel-Rahman; El Shazly (2018)	B	Concreto	AG	0 e 100% (v)
Horszczaruk; Brzozowski (2019)	B / M	Concreto	AM / AG	0 e 100% (v)
Aksogan; Binici; Ortlek (2016)	B	Concreto	AM	0; 5 e 10% (m)
Sevinç; Durgun; Eken (2017)	B	Concreto	C / AM	0; 2,5; 5 e 10% (m)
González-Ortega <i>et al.</i> (2019)	B	Concreto	AM / AG	0 e 100% (v)
Beaucour <i>et al.</i> (2020)	B	Concreto	AG	0 e 100% (v)
Demir; Gümüç; Gökçe (2020)	B	Concreto	AM / AG	0 e 100% (v)
Ahmad <i>et al.</i> (2019)	B	Concreto	AM	0 e 100% (v)
Horszczaruk <i>et al.</i> (2017)	B / M	Argamassa	AM	0 e 100% (v)
Yao <i>et al.</i> (2017)	B	Argamassa	C ⁽³⁾	0 e 25% (m) ⁽⁵⁾
El-Samrah; Abdel-Rahman; Kany (2018)	B	Concreto	AG	0 e 100% (v)
Jaskulski <i>et al.</i> (2019)	B / M	Concreto	AM / AG	0; 25; 50 e 100% (v) ⁽⁵⁾
Sikora <i>et al.</i> (2019)	M	Pasta	C	0; 5; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 45 e 50% (m)
El-Sayed (2021)	M	Concreto	AM / AG	100% (v)
Sikora <i>et al.</i> (2018)	M	Argamassa	C ⁽³⁾	0; 3 e 5% (m)
Zalegowski <i>et al.</i> (2020)	M	Concreto	AG	0 e 100% (v)
Dragomirová <i>et al.</i> (2020)	B / M	Concreto	AM / AG	100% (m) (65%B+35%M)
Rashid <i>et al.</i> (2020)	M	Concreto	AM	0 e 100% (v)
Jóźwiak-Niedźwiedzka <i>et al.</i> (2020)	M	Concreto	AM / AG	0; 25; 50 e 100% (v) ⁽⁵⁾
Jóźwiak-Niedźwiedzka <i>et al.</i> (2018)	B / M	Concreto	AM / AG	100% (v)
Horszczaruk (2019)	M		Review	
Aslani; Asif (2019)	M	Concreto	AG	0; 50; 75 e 100% (v)
Aslani; Hamidi; Ma (2019)	M	Concreto	AG	0; 50; 75 e 100% (v)
Radu <i>et al.</i> (2017)	B	Concreto	C ⁽³⁾ AM / AG	100% (v)
Sikora (2020)	B / M	Argamassa	AM	0 e 100% (m)
Sikora (2020b)	B / M	Argamassa	AM	0 e 100% (m)

Nota:

(1) B – Barita, M – Magnetita;

(2) Substituição de: C – Cimento, AM – Agregado Miúdo, AG – Agregado Graúdo;

(3) Nesses trabalhos foram considerados Adição (em relação à massa de cimento) ao invés de Substituição;

(4) m – massa, v – volume;

(5) Teores aproximados.

Fonte: Elaborado pelo autor

Nos itens subsequentes foram discutidas as principais propriedades de argamassas e contendo barita e magnetita, com base no portfólio bibliográfico selecionado pela revisão sistemática.

3.4.2. Propriedades mecânicas e físicas

A resistência à compressão é, indubitavelmente, uma das propriedades mais relevantes para se analisar em matrizes cimentícias. El-Samrah, Abdel-Rahman e El Shazly (2018) substituíram o agregado graúdo por barita, goethita, escória de aço e dolomita, sendo que o desempenho do concreto com barita foi o pior entre os quatro tipos de agregado. Horszczaruk e Brzozowski (2019), ao substituírem os agregados miúdo e graúdo por barita e magnetita, separadamente, notaram o melhor desempenho das amostras com magnetita, seguida do traço de referência e da amostra com barita, respectivamente. Segundo esses autores, o pior desempenho das amostras com barita se deve à alta demanda de água. A redução do desempenho mecânico também foi observada por González-Ortega *et al.* (2019) ao substituírem totalmente os agregados miúdo e graúdo por barita. Beaucour *et al.* (2020) verificaram redução da resistência à compressão ao substituírem o agregado graúdo por barita. Aksogan, Binici e Ortlek (2016) observaram que a substituição de 5 a 10% de agregado miúdo por barita provocou, gradualmente, redução da resistência à compressão nas idades 7, 28 e 180 dias. Demir, Gümüş e Gökçe (2020), ao substituírem os agregados miúdo e graúdo por barita, notaram baixa redução da resistência à compressão. Ahmad *et al.* (2019) notaram redução da resistência à compressão ao substituírem o agregado miúdo por barita e, também, ao elevarem o fator a/c nas taxas 0,30; 0,35; 0,40 e 0,45. Horszczaruk *et al.* (2017) substituíram, separadamente, os agregados miúdo e graúdo por barita e magnetita. Os resultados indicaram melhor desempenho da amostra com magnetita, seguida da amostra de referência e de barita. El-Samrah, Abdel-Rahman e Kany (2018) constataram que a substituição total do agregado graúdo por barita apresentou pior desempenho quando comparada a outros minerais. Zalegowski *et al.* (2020) observaram redução do desempenho ao substituírem o agregado graúdo por magnetita. Ahmad *et al.* (2019) e El-Samrah, Abdel-Rahman e Kany (2018) observaram uma redução de resistência à compressão de concretos com barita, a qual pode ser atribuído à baixa resistência ao esmagamento desse mineral. Entretanto, Aksogan, Binici e Ortlek (2016) verificaram que a resistência à abrasão das amostras com barita foi superior à amostra de referência. El-Sayed (2021) salienta que a zona de interface entre a magnetita e a pasta cimento provocou baixa

aderência e, conseqüentemente, reduziu a resistência à compressão. Nota-se, portanto, uma tendência de redução da resistência à compressão ao substituir os agregados miúdo e graúdo por magnetita e barita. Todavia, tais reduções não alcançaram patamares significativos sob o ponto de vista normativo, de forma a inviabilizar o uso de tais minerais.

Em relação à resistência à tração, Ahmad *et al.* (2019) observaram redução deste parâmetro ao substituírem o agregado miúdo por barita. Houve também redução à medida que o fator água/cimento foi acrescido. Os autores ressaltaram que o pior desempenho ocorreu nas amostras de barita como agregado miúdo, pois tal ocorrência está relacionado ao fato desse mineral ser um material friável e, por conta disso, deixa bastante poeira ao redor do agregado graúdo, provocando baixa aderência à matriz cimentícia. Ao substituírem o agregado graúdo por magnetita em diferentes percentuais, Aslani e Asif (2019) notaram que o melhor desempenho foi observado nas amostras com, aproximadamente, 50% de magnetita, seguidas das amostras com 75%, 100% e, por último, sem substituição de magnetita. Tais autores salientam que a magnetita promoveu a densificação da matriz cimentícia, reduzindo, assim, a porosidade e, conseqüentemente, melhorando o desempenho.

No que diz respeito à porosidade e à absorção de água, Jaskulski *et al.* (2019) concluíram que a porosidade aberta foi praticamente igual ao comparar as amostras de barita e de magnetita como agregado graúdo. Porém, a amostra com substituição total dos agregados miúdo e graúdo por barita sofreram aumento da porosidade em comparação às amostras citadas anteriormente. Horszczaruk e Brzozowski (2019) avaliaram a absorção de água dos agregados miúdo e graúdo de origem natural, de barita e de magnetita. Tal percentual foi mais elevado para o agregado de barita, seguidos do agregado natural e do agregado de magnetita. González-Ortega *et al.* (2019) observaram aumento da absorção de água das amostras com agregados miúdo e graúdo de barita em comparação aos materiais de referência. Segundo os autores, tal aumento não era esperado, uma vez que a porosidade do agregado de barita é menor. Porém, a baixa aderência na zona de interface entre o agregado graúdo e a pasta pode ter contribuído para esse desempenho. Zalegowski *et al.* (2020) constataram aumento da porosidade média

ao substituírem o agregado graúdo por magnetita. Demir, Gümüş e Gökçe (2020) avaliaram que a absorção de água do agregado miúdo de origem calcária é superior ao agregado de barita, mas a absorção do agregado graúdo é inferior. Józwiak-Niedźwiedzka *et al.* (2020), ao utilizarem a magnetita como substituição dos agregados miúdo e graúdo, verificaram relação inversamente proporcional entre a porcentagem de magnetita e o volume total de poros. O volume de poros inferiores a 300 nm da amostra de referência foi superior à amostra com magnetita, enquanto o volume dos poros iguais ou superiores a 300 nm da amostra de referência foi levemente inferior à amostra com magnetita. Em relação à porosidade aberta, a amostra com magnetita apresentou valor superior à amostra de referência. Assim, nota-se que não há consenso quanto à influência da magnetita e da barita na porosidade, sejam elas utilizadas como agregado miúdo ou graúdo, uma vez que esse parâmetro dependerá da granulometria do material, do tipo e do teor de incorporação, do fator água/cimento e dos aditivos utilizados.

No tocante à massa específica, o uso de materiais de elevada densidade (como barita e magnetita) pode influenciar no desempenho de matrizes cimentícias. A NBR 8953 (ABNT, 2015a) define concretos pesados ou densos como aqueles com densidade superior a 2.800 kg/m³. A norma europeia EN 206 (BSI, 2013), por sua vez, adota o valor de 2.600 kg/m³. A Tabela 3.7 destaca o tipo de incorporação e a massa específica segundo o percentual de incorporação.

A partir da Tabela 3.7, nota-se que o aumento do teor de incorporação, seja de barita ou de magnetita, provoca aumento da massa específica (ASLANI; ASIF, 2019; ASLANI; HAMIDI; MA, 2019; JÓŻWIAK-NIEDŹWIEDZKA *et al.*, 2020; SEVINÇ; DURGUN; EKEN, 2017; SIKORA *et al.*, 2019). É possível observar, também, que a incorporação de magnetita, em comparação à barita, proporciona maior aumento da massa específica, uma vez que a densidade da magnetita é superior à densidade da barita (HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019; JASKULSKI *et al.*, 2019; JÓŻWIAK-NIEDŹWIEDZKA *et al.*, 2018; SIKORA, 2020b).

Tabela 3.7 - Massa específica de amostras com barita e magnetita

Referência	Tipo de Incorporação ⁽¹⁾	Massa Específica (kg/m ³) ⁽³⁾
El-Samrah; Abdel-Rahman; El Shazly (2018)	AG	B (100%): 2963
Horszczaruk; Brzozowski (2019)	AM / AG	B (100%): 3441 M (100%): 3939
Sevinç; Durgun; Eken (2017)	C / AM	B (2,5%): 2371 ⁽⁴⁾ B (5%): 2387 ⁽⁴⁾ B (10%): 2393 ⁽⁴⁾
González-Ortega <i>et al.</i> (2019)	AM / AG	B (100%): 3419
Yao <i>et al.</i> (2017)	C ⁽²⁾	B (100%): 2430
El-Samrah; Abdel-Rahman; Kany (2018)	AG	B(100%): 2463
Jaskulski <i>et al.</i> (2019)	AM / AG	B (100%): 3100 M (100%): 3520
Sikora <i>et al.</i> (2019)	C	M (5%): 1710 M (10%): 1775 M (15%): 1820 M (20%): 1940 M (25%): 2005 M (30%): 2095 M (35%): 2175 M (40%): 2230 M (45%): 2305 M (50%): 2350
El-Sayed (2021)	AM / AG	M (100%): 3650 e 3750
Dragomirová <i>et al.</i> (2020)	AM / AG	(65%B + 35%M): 3450
Rashid <i>et al.</i> (2020)	AM	M (100%): 3339
Józwiak-Niedźwiedzka <i>et al.</i> (2020)	AM / AG	M (25%): 2758 ⁽⁴⁾ M (50%): 3115 ⁽⁴⁾ M (100%): 3540 ⁽⁴⁾
Józwiak-Niedźwiedzka <i>et al.</i> (2018)	AM / AG	B (100%): 2650 e 2696 M (100%): 2776
Aslani; Asif (2019)	AG	M (50%): 2680 M (75%): 2765 M (100%): 2860
Aslani; Hamidi; Ma (2019)	AG	M (50%): 2463 e 2578 M (75%): 2559 e 2729 M (100%): 2638 e 2945
Radu <i>et al.</i> (2017)	C ⁽²⁾ AM / AG	B (100%): 2905
Sikora (2020b)	AM	B (100%): 2960 e 3030 M (100%): 3280 e 3360

Nota:

⁽¹⁾ Substituição de: C – Cimento, AM – Agregado Miúdo, AG – Agregado Graúdo;

⁽²⁾ Nesses trabalhos foram considerados Adição (em relação à massa de cimento) ao invés de Substituição;

⁽³⁾ Massa específica em função do tipo de mineral (B – Barita, M – Magnetita) e do teor de incorporação;

⁽⁴⁾ Valores obtidos por média aritmética.

Fonte: Elaborado pelo autor

Verifica-se que alguns estudos não atingiram o valor mínimo de massa específica para que a amostra seja classificada como concreto pesado, pois esses estudos não pretendiam elaborar e analisar amostras para essa finalidade (EL-SAMRAH; ABDEL-

RAHMAN; KANY, 2018; SIKORA *et al.*, 2019; YAO *et al.*, 2017). Cabe salientar, ainda, que as variações da massa específica são atribuídas aos demais materiais constituintes do compósito cimentício e ao percentual de incorporação da barita e da magnetita. Apesar de não ter sido o objetivo de alguns estudos produzir concreto pesado, como Sevinç, Durgun e Eken (2017), verifica-se que 10% de incorporação de barita não foi suficiente para alcançar essa classificação. Fato semelhante pode ser observado no estudo de Sikora *et al.* (2019), que incorporaram pó de magnetita ao compósito cimentício, e Aslani, Hamidi e Ma (2019), que incorporaram 50% de magnetita à matriz cimentícia. A incorporação de 100% de barita ou magnetita permite atribuir às amostras a classificação de concreto pesado (ASLANI; ASIF, 2019; ASLANI; HAMIDI; MA, 2019; EL-SAMRAH; ABDEL-RAHMAN; EL SHAZLY, 2018; EL-SAYED, 2021; GONZÁLEZ-ORTEGA *et al.*, 2019; HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019; JASKULSKI *et al.*, 2019; JÓŹWIAK-NIEDŹWIEDZKA *et al.*, 2018; JÓŹWIAK-NIEDŹWIEDZKA *et al.*, 2020; RADU *et al.*, 2017; RASHID *et al.*, 2020; SIKORA, 2020b), embora alguns estudos não tenham alcançado tal classificação. Assim, é possível notar uma tendência de classificação de concreto pesado para teores acima de 50% de incorporação de barita e/ou magnetita (ASLANI; ASIF, 2019; JÓŹWIAK-NIEDŹWIEDZKA *et al.*, 2020).

3.4.3. Parâmetros de durabilidade

Segundo ACI (2008), a durabilidade do concreto composto por cimento Portland é definida como sua capacidade de resistir ao intemperismo, aos ataques químicos, à abrasão, ou a qualquer outra forma de deterioração. Mehta e Monteiro (2006) salientam que um concreto durável deve manter a forma original, a qualidade e a fácil manutenção, mesmo após exposto ao ambiente de serviço. Nesse entendimento, Medeiros, Andrade e Helene (2011) definem durabilidade como resultado da interação entre a estrutura de concreto, o ambiente e as condições de uso, de operação e de manutenção. O conceito normativo é preconizado pela NBR 6118 (ABNT, 2014), que define durabilidade como a capacidade da estrutura para resistir às influências ambientais previstas e definidas em projeto.

O material durável influencia nos custos de um empreendimento, haja vista que os valores com reparo e substituição de materiais contribuem significativamente para os custos de uma obra (MEHTA; MONTEIRO, 2006). Além disso, a durabilidade colabora com o meio ambiente, uma vez que reduzirá o consumo de matéria-prima, a produção de poluentes e os gastos energéticos com a produção e a instalação dos materiais (MEDEIROS; ANDRADE; HELENE, 2011).

De acordo com Neville (2016), os problemas de durabilidade pela deterioração podem ocorrer em virtude de fatores externos e internos ao concreto. Esses fatores ocorrem por ações mecânicas, químicas e físicas, conforme é apresentado na Tabela 3.8.

Tabela 3.8 - Causas de deterioração do concreto

Causa da deterioração	Tipos
Mecânica	Abrasão; Cavitação; Erosão; Fissuração; Impacto
Química	Reações álcali-sílica e álcali-carbonato; Agentes agressivos (cloretos, sulfatos, dióxido de carbono); Líquidos e gases industriais ou naturais
Física	Efeitos da alta temperatura; Efeito da diferenças entre os coeficientes de dilatação térmica do agregado e da pasta de cimento endurecida; Efeito do gelo e degelo e dos sais descongelantes

Fonte: Adaptado de Neville (2016); Mehta e Monteiro (2006)

É importante salientar que, dificilmente, a deterioração do concreto decorre apenas de uma dessas causas. Geralmente, tais causas ocorrem de maneira simultânea (MEHTA; MONTEIRO, 2006; NEVILLE, 2016).

Acerca de compósitos cimentícios produzidos com barita e magnetita, foram encontrados estudos recentes que abordaram principalmente a durabilidade frente a exposição a elevadas temperaturas. Entretanto, alguns poucos trabalhos avaliaram processos de carbonatação, penetração de cloretos e ciclos de gelo-degelo. O estado-da-arte sobre a durabilidade de compósitos cimentícios com esses minerais são apresentados a seguir.

a) Exposição a elevadas temperaturas

Durante a exposição a altas temperaturas, o concreto pode fissurar-se por causa das tensões induzidas pela diferente deformação dos componentes da pasta de cimento e pela presença de transformações expansivas (RIBEIRO *et al.*, 2014). Em um processo de aquecimento, com temperaturas acima de 300°C, a pasta de cimento sofre uma contração significativa devido ao distanciamento da água presente das camadas do gel, enquanto os agregados se expandem. Dessa forma, surgem tensões internas ao concreto levando à formação de fissuras. Em temperaturas mais elevadas, alguns constituintes do concreto se comportam com diferentes variações de volume, sendo que as mais comuns são: decomposição da portlandita (a 450-550°C), a expansão dos agregados siliciosos contendo quartzo (a 575°C) ou a decomposição dos agregados calcários (a temperaturas superiores a 800-900°C) (BERTOLINI, 2010).

A superfície interna de concretos pesados (produzidos com magnetita e barita, por exemplo) utilizados em usinas nucleares é, frequentemente, submetida ao calor do núcleo dos reatores (BEAUCOUR *et al.*, 2020). Nesses locais, a temperatura gerada pelo vapor d'água pode chegar a 350°C e, em casos de acidentes, entre 500°C e 1.000°C (SIKORA *et al.*, 2019). Nesse contexto, o agregado exerce influência significativa na durabilidade do compósito cimentício submetido a elevadas temperaturas, visto que esse constituinte representa 60 a 80% do volume do concreto (HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019). Em temperaturas elevadas, as propriedades mecânicas e os parâmetros de durabilidade são alterados (EL-SAMRAH; ABDEL-RAHMAN; EL SHAZLY, 2018; HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019).

A resistência à compressão do concreto tende a decrescer com o aumento da temperatura. Todavia, as modificações microestruturais da matriz cimentícia submetida a altas temperaturas não se limitam a influenciar as características mecânicas. Mesmo a temperaturas relativamente baixas, pode-se notar um aumento da porosidade e da permeabilidade da pasta de cimento. Dessa forma, um ligeiro aumento na temperatura pode levar a uma maior sensibilidade da estrutura a

agentes agressivos, facilitando uma possível degradação química (RIBEIRO *et al*, 2018).

A resistência da matriz cimentícia a elevadas temperaturas depende de alguns fatores, tais como: a relação a/c, a relação óxido de cálcio e óxido de silício, os produtos da hidratação do cimento, as mudanças químicas na matriz cimentícia, a idade do concreto, o teor de umidade, o carregamento na estrutura, a dimensão da estrutura e o tempo de exposição às elevadas temperaturas (HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019; YAO *et al*, 2017). Devido à elevada temperatura, a água quimicamente ligada da matriz cimentícia é perdida e, por conta disso, a perda de massa do concreto é um parâmetro a ser analisado (DEMIR; GÜMÜŞ; GÖKÇE, 2020). Assim, a Tabela 3.9 apresenta o efeito da temperatura em matrizes cimentícias com barita e/ou magnetita.

Tabela 3.9 - Efeito da temperatura em matrizes cimentícias

Referência	Características das amostras ⁽¹⁾	Resistência à compressão residual ^(2,6)	Perda de massa ^(2,6)
El-Samrah; Abdel-Rahman; El Shazly (2018)	SP, CV e SA	Ref: ↓ 39% B: ↓ 55%	Ref: ↓ 4,8% B: ↓ 5,3%
Horszczaruk; Brzozowski (2019)	SP	Ref: ↓ 29% B: ↓ 40% M: ↓ 8%	Ref: ↓ 3,3% B: ↓ 5,6% M: ↓ 1,9%
Beaucour <i>et al.</i> (2020)	-	Ref: ↓ 80% B: ↓ 47%	Ref: ↓ 0,5% B: ↓ 0,2%
Ahmad <i>et al.</i> (2019)	SP	-	Ref: ↓ 7,5% B: ↓ 10%
Horszczaruk <i>et al.</i> (2017)	SP ⁽³⁾	Ref: ↓ 0% ⁽⁴⁾ B: ↓ 10,5% ⁽⁴⁾ M: ↓ 6,8% ⁽⁴⁾	Ref: ↓ 2,4% ⁽⁴⁾ B: ↓ 8,1% ⁽⁴⁾ M: ↓ 1,45% ⁽⁴⁾
Sikora <i>et al.</i> (2019)	M como aditivo ao cimento	Ref: ↑ 15% M: ↑ 23% ⁽⁴⁾	Ref: ↓ 13% M: ↓ 7% ⁽⁴⁾
Sikora <i>et al.</i> (2018)	SP e NM	Ref: ↓ 31,7% M: ↓ 30,15% ⁽⁴⁾	Ref: ↓ 2,5% M: ↓ 2,5% ⁽⁴⁾
Rashid <i>et al.</i> (2020)	PVA e FA	Ref: ↑ 1% ⁽⁵⁾ M: ↓ 3,2% ⁽⁵⁾	Ref: ↓ 6,8% ⁽⁵⁾ M: ↓ 9% ⁽⁵⁾
Aslani; Hamidi; Ma (2019)	CC, SA, RA e VMA	Ref: ↓ 14% M: ↓ 12% ⁽⁴⁾	Ref: ↓ 3,2% M: ↓ 3,4% ⁽⁴⁾

Nota:

⁽¹⁾ SP – Aditivo superplastificante; CV – Cinza volante; SA – Sílica ativa; M - Magnetita; NM – Nanomagnetita; PVA – Fibra de PVA; FA – Fibra de aço; RA - Aditivo redutor de água; VMA – Aditivo modificador de viscosidade;

⁽²⁾ Ref – Amostra de referência; B – Barita; M - Magnetita;

⁽³⁾ Utilizado somente nas amostras com barita;

⁽⁴⁾ Valor médio das amostras;

⁽⁵⁾ Valor obtido por interpolação linear;

⁽⁶⁾ Resultados referentes à temperatura 450°C.

Fonte: Elaborado pelo autor

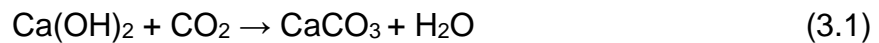
Nota-se redução da resistência à compressão e aumento da perda de massa nas amostras submetidas a elevadas temperaturas. Percebe-se que a magnetita obteve melhor desempenho em relação à barita, tanto no aspecto da perda de massa quanto da resistência à compressão. Cabe destacar o trabalho de Sikora *et al.* (2019), que substituiu o cimento por magnetita nos percentuais 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 e 50%. Os resultados demonstram que os melhores desempenhos relativos à exposição a elevadas temperaturas foram alcançados pelas amostras com 45 e 50% de substituição ao cimento.

Além disso, alguns trabalhos analisaram a potencial durabilidade dos compósitos cimentícios por meio da técnica de pulso ultrassônico. El-Samrah, Abdel-Rahman e El Shazly (2018) verificaram que em todas as temperaturas analisadas, as amostras com barita alcançaram menor velocidade de pulso quando comparadas a outros materiais. Porém, a velocidade do pulso na amostra com barita, avaliada na temperatura ambiente, representa um concreto de excelente qualidade. A 100°C, a amostra de barita já apresenta um concreto de média qualidade. Em outros estudos, as amostras de barita também alcançaram velocidade de ultrassom inferior aos demais materiais, mas representando ainda um concreto de boa qualidade (DEMIR; GÜMÜŞ; GÖKÇE, 2020; EL-SAMRAH; ABDEL-RAHMAN; KANY, 2018; GONZÁLEZ-ORTEGA *et al.*, 2019; RADU *et al.*, 2017). Segundo González-Ortega *et al.* (2019), a baixa aderência na zona de interface pasta-agregado pode ter provocado tal redução. Sevinç, Durgun e Eken (2017) verificaram que amostras com barita apresentaram velocidade similar às demais amostras. Zalegowski *et al.* (2020) obtiveram esse mesmo resultado nas amostras com magnetita. Yao *et al.* (2017) constataram que as amostras com barita apresentaram desempenho superior às amostras de referência em todas as temperaturas analisadas. Na temperatura ambiente, a amostra apresentou uma matriz de excelente qualidade. Além disso, até 420°C, a qualidade do material foi considerada boa. A redução do pulso ultrassônico à medida que a temperatura é elevada pode ser explicada pelo aumento das microfissuras no interior da matriz cimentícia (YAO *et al.*, 2017). A qualidade permaneceu excelente ao incorporar magnetita à argamassa, embora tenha havido redução da velocidade do pulso (EL-SAYED, 2021). Assim, é possível notar que a

velocidade do pulso ultrassônico apresenta tendência de redução ao incorporar barita e magnetita, mas não afeta a satisfatória qualidade da matriz cimentícia.

b) Carbonatação

O fenômeno da carbonatação refere-se à reação química entre o dióxido de carbono (CO_2) presente no ar e o hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) da matriz cimentícia. Essa reação produz carbonato de cálcio (CaCO_3), provocando a redução do pH do concreto (3.1).



A ação do CO_2 pode ser observada no concreto armado por meio da representação constante na Figura 3.3.

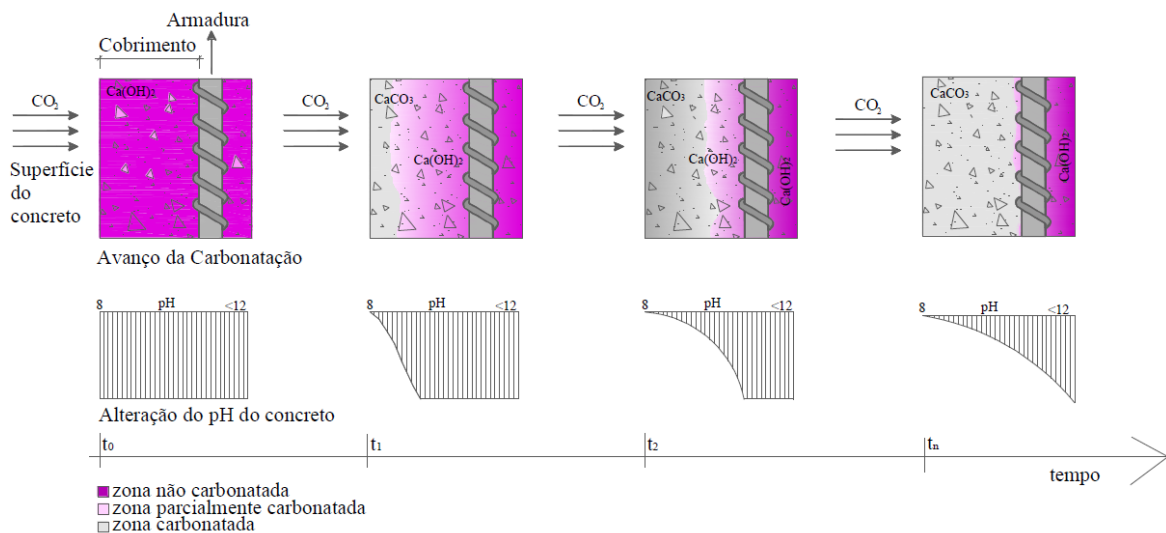
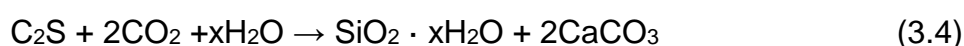
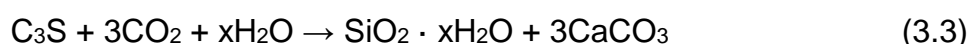


Figura 3.3 - Representação da frente de carbonatação e alteração do pH do concreto no decorrer do tempo
Fonte: Possan (2010)

Verifica-se que a frente de carbonatação progride da superfície para o interior do concreto. No avanço da frente de carbonatação podem ser identificadas as zonas carbonatada, parcialmente carbonatada e não carbonatada (POSSAN, 2010). Segundo Neville (2016), a carbonatação ocorre quando há a redução do pH para valores inferiores a 9,0. Esse baixo pH atinge a camada de passivação aderida ao

aço e, assim, ao atingir a região próxima ao aço, a película passivadora é removida, provocando a corrosão do aço (SINGH; SINGH, 2016).

Payá, Andrade e Chincón (2016) destacam que a carbonatação não está relacionada somente ao $\text{Ca}(\text{OH})_2$, mas também ao C-S-H e aos silicatos de cálcio não hidratados (C_3S e C_2S), conforme as Equações 3.2, 3.3 e 3.4. Nota-se que os produtos da hidratação do cimento sofrem um processo de carbonatação relativamente lento (CZARNECKI; WOYCIECHOWSKI; ADAMCZEWSKI, 2018).



Conforme pode ser identificado nas equações anteriores, o fim do processo de carbonatação sempre produz carbonato de cálcio e água. O carbonato de cálcio, no entanto, precipita dentro dos poros, ocasionando redução da permeabilidade e formação de uma barreira da frente de carbonatação (RIBEIRO *et al.*, 2014). Cabe salientar que efeitos positivos advindos da carbonatação podem ocorrer no concreto não armado, pois ela ajuda a densificar a superfície do concreto carbonatado. Dessa forma, verifica-se uma redução localizada da porosidade e, conseqüentemente, uma diminuição da permeabilidade do concreto, tornando-o menos suscetível à penetração de agentes químicos (CHI; HUANG; YANG, 2002; CUI *et al.*, 2015; PAUL *et al.*, 2018). Contudo, em estruturas de concreto armado, mesmo que haja tal benefício inicialmente, o pH da solução é reduzido e, posteriormente, o processo de corrosão pode ser iniciado.

Segundo Kazmierczak (1995) e Ollivier *et al.* (2014), existem outros fatores relacionados ao processo de carbonatação, tais como relação água/cimento, consumo de cimento, qualidade de execução do concreto, cura, porosidade e resistência à compressão, concentração de CO_2 , temperatura, umidade, ambiente fechado ou aberto, etc. É importante destacar que a carbonatação ocorre de maneira lenta e em ambientes com umidade relativa entre 50 a 65% (RIBEIRO *et al.*, 2014). Segundo Cascudo (1997), apenas se os poros estiverem parcialmente

preenchidos com água que a carbonatação avançará, uma vez que a falta de água provocará difusão do CO₂ no interior dos poros e a alta umidade provocará a baixa taxa de difusão do CO₂ na água (PAUL *et al.*, 2018).

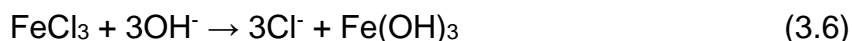
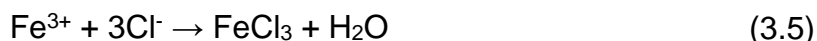
Poucos trabalhos recentes abordaram o tema de carbonatação em compósitos com barita e/ou magnetita. González-Ortega *et al.* (2019) verificaram que as amostras com barita apresentaram menor profundidade de carbonatação quando comparadas aos demais compósitos com materiais convencionais. Esses efeitos foram consistentes com os resultados de penetração de água, visto que amostras com maior absorção de água apresentam menor profundidade de carbonatação. Por outro lado, os resultados do teste de profundidade de carbonatação obtidos por Józwiak-Niedźwiedzka *et al.* (2020) demonstram que as amostras com magnetita apresentaram pior desempenho quando comparadas às amostras de referência.

c) *Penetração de cloretos*

A penetração de cloretos é uma das principais causas de deterioração de estruturas de concreto armado, uma vez que esses íons agem tanto na fase de iniciação quanto na propagação da corrosão (LIU; LIN; MA, 2020; YE *et al.*, 2013; ZHOU *et al.*, 2015). Na ausência de cloretos, o pH do concreto é mantido acima de 11,5, que protege a barra de aço contra corrosão. O ingresso de cloretos pode ocorrer em estruturas imersas em água do mar, estruturas submetidas a ciclos de molhagem e secagem (zona de maré, névoa salina, saís de degelo) ou involuntariamente, a partir de aditivos acelerados de pega, agregados e água contaminados ou tratamentos de limpeza (OLLIVIER *et al.*, 2014; RIBEIRO *et al.*, 2014).

A penetração e a progressão dos cloretos podem ocorrer por absorção capilar e por difusão. O ingresso de cloretos em estruturas de concreto imersas em água do mar ocorre por difusão. Em relação às estruturas submetidas a ciclos de molhagem e secagem, os cloretos podem penetrar por absorção capilar, migrar por convecção e serem transportados por difusão (OLLIVIER *et al.*, 2014).

Ribeiro *et al.* (2014) destacam que a presença dos ânions Cl^- no concreto pode destruir a película passivadora da armadura proporcionada pelo meio alcalino (fase de iniciação) e acelerar a corrosão (fase de propagação), sem consumir o ânion cloreto, segundo as Equações 3.5 e 3.6.



O cloreto revela-se em três formas no concreto: quimicamente ligado ao C_3A , adsorvido na superfície dos poros, e sob a forma de íons livres. Os cloretos podem adsorver-se nas estruturas do C-S-H ou reagir com compostos, para formar novos produtos estáveis, como o Sal de Friedel (cloroaluminatos de cálcio de cálcio hidratado – $\text{C}_3\text{A} \cdot \text{CaCl}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (OLLIVIER *et al.*, 2014). Porém, haverá um equilíbrio entre as três formas, destacando-se os íons livres Cl^- , os quais afetam a durabilidade das estruturas (CASCUDO, 1997).

A presença dos cloretos livres provoca acidificações locais, que levam a desestabilizações puntiformes do filme de óxidos durante a iniciação da corrosão, causando a corrosão por pites. Além da despassivação da armadura, os cloretos aumentam a condutividade elétrica do eletrólito, acelerando o processo de propagação da corrosão (CASCUDO, 1997).

Devido à presença de cloretos e, caso a razão Cl^-/OH^- esteja acima de 0,6, o aço não estará protegido contra a corrosão, em função da camada de óxido de ferro se tornar permeável ou instável nessas condições (MEHTA; MONTEIRO, 2006). Destaca-se, ainda, que essa relação permite associar a carbonatação (redução da concentração de OH^-) e a penetração de cloretos (aumento de cloretos livres) (OLLIVIER *et al.*, 2014). Segundo Basheer, Kropp e Cleland (2011), a corrosão em decorrência do ingresso de cloretos (por pite) avança em uma taxa superior quando comparada à corrosão devida à carbonatação (do tipo generalizada). Entretanto, uma ação combinada da carbonatação e do ataque de cloretos torna ainda mais deletéria para o concreto (CÂMARA, 2020).

Sobre o fenômeno da penetração de cloretos em compósitos com barita e/ou magnetita, o único trabalho encontrado na literatura recente sobre o tema foi de Józwiak-Niedźwiedzka *et al.* (2020). Nele, os autores constataram um maior coeficiente de migração de cloretos nas amostras com magnetita, comparado à amostras de referência.

d) Ciclos de gelo-degelo

Além do efeito a elevadas temperaturas, concretos submetidos a ação de gelo-degelo também podem ter seus desempenhos de durabilidade comprometidos. Em baixas temperaturas, a água contida nos poros do concreto congela e aumenta seu volume em cerca de 9%, gerando tensões de tração na matriz da pasta de cimento capazes de provocar fissuras ou lascamento do concreto, até atingir sua completa desagregação (ALMEIDA; SALES, 2018).

Os mecanismos de degradação por gelo-degelo estão relacionados às pressões hidráulica e osmótica formadas no interior do concreto. A pressão hidráulica refere-se a um aumento no volume específico da água no congelamento em grandes capilares, e, a pressão osmótica, a diferenças de concentração de sais na solução dos poros (BERTOLINI, 2010). Esse fenômeno depende das condições ambientais (quantidade de ciclos de gelo-degelo, velocidade de congelamento, umidade, temperatura mínima atingida, presença de sais higroscópicos, como cloretos) além da microestrutura do concreto endurecido e do grau de saturação dos poros.

Em amostras com substituição total dos agregados miúdo e graúdo por barita, González-Ortega *et al.* (2019) analisaram a resistência à compressão e a velocidade do pulso ultrassônico após 68 ciclos de gelo-degelo. Os resultados demonstram que a velocidade do pulso foi reduzida, mas não afetou a qualidade do concreto. Essa redução, segundo os autores, diz respeito à formação de microfissuras na matriz cimentícia. Quanto à resistência à compressão, as amostras com barita submetidas aos ciclos de gelo-degelo apresentaram o pior desempenho em valores absolutos, mas, em termos percentuais, as amostras contendo outros materiais sofreram maior redução. Os autores verificaram baixa aderência na zona de interface agregado-

pasta e algumas fissuras que surgiram, provocando aumento da absorção e redução da resistência à compressão.

3.4.4. Considerações gerais

Portanto, a partir dos estudos apresentados acima, verifica-se que a incorporação de barita e de magnetita pode levar à redução da resistência mecânica. A magnetita, seja em relação à resistência à compressão, quanto em relação à perda de massa sob elevadas temperaturas, apresentou uma tendência de melhor desempenho que a barita. Apesar de uma ligeira redução na compacidade da matriz, concretos com barita e magnetita se mostraram com qualidade satisfatória para uso em compósitos cimentícios.

Entretanto, estudos acerca da durabilidade ainda são escassos, apresentando resultados divergentes e inconclusivos, sobretudo em relação à porosidade, à carbonatação e à penetração de cloretos. Além disso, a maioria dos estudos encontrados analisaram o uso da barita e magnetita somente como agregados, mas não como adição mineral, em substituição ao filer ou material de preenchimento. Também, a aplicação desses minerais provenientes de rejeitos do processamento do nióbio ainda não foram explorados. Dessa forma, este trabalho buscou analisar a influência dos rejeitos de mineração de nióbio, ricos em barita e magnetita/hematita, como substitutos de material de preenchimento e agregado natural na durabilidade de matrizes cimentícias.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo se destina a apresentar os materiais e os procedimentos utilizados para a realização do programa experimental, o qual foi dividido em cinco etapas: (i) preparação e caracterização dos materiais, (ii) dosagem e produção das argamassas, (iii) análise das propriedades no estado fresco, (iv) análise das propriedades físicas e mecânicas e (v) análise dos parâmetros de durabilidade. O fluxograma do programa experimental é apresentado na Figura 4.1.

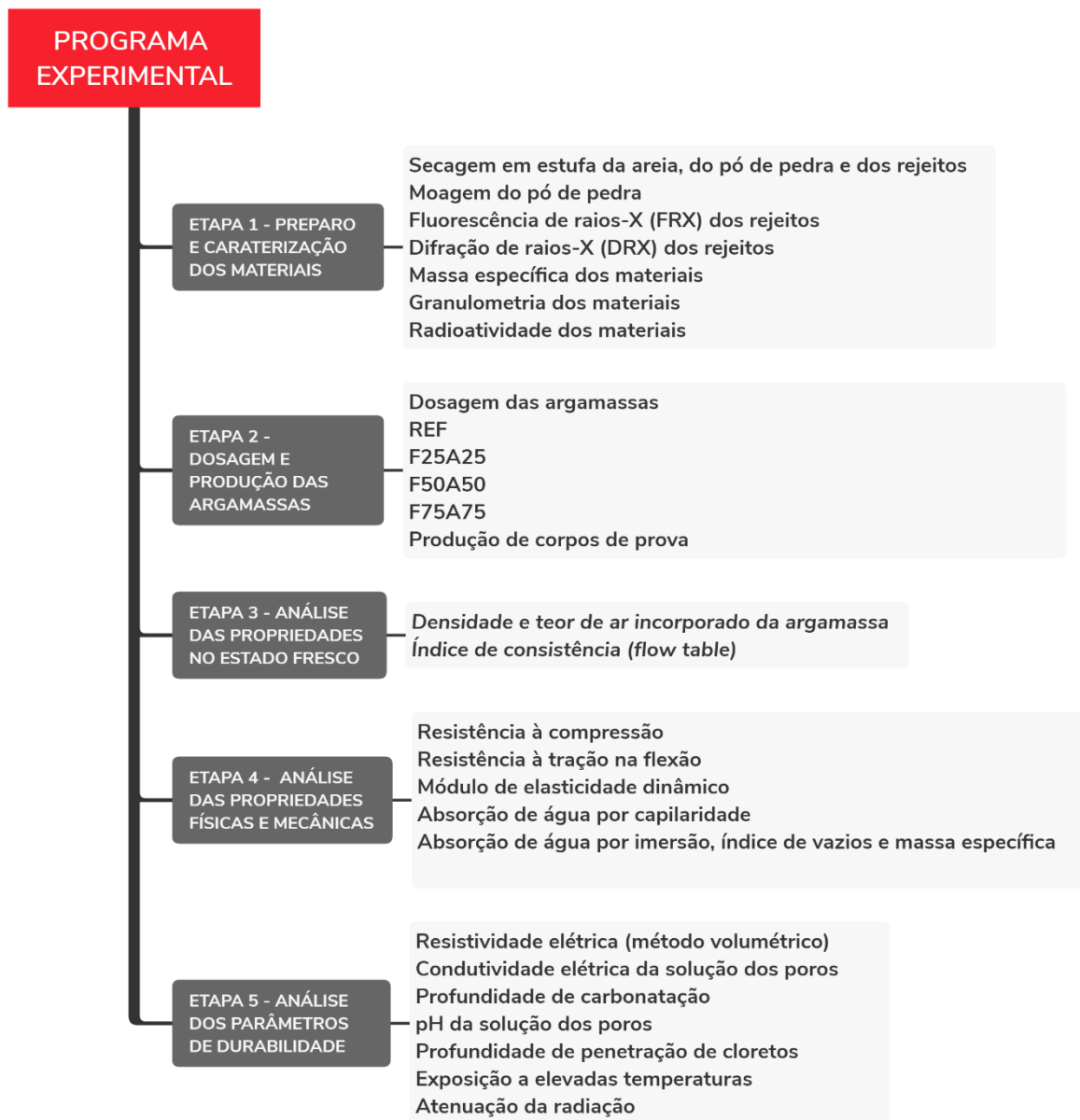


Figura 4.1 - Programa experimental
Fonte: Elaborado pelo autor

A maioria dos ensaios de caracterização dos materiais, de parâmetros físicos, mecânicos e de durabilidade foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais de Construção Civil e Mecânica (DEMC/UFMG).

4.1. Materiais

Para a realização desta pesquisa foram utilizados os seguintes materiais: ligante (cimento Portland), material de enchimento convencional (filler de pó de pedra), agregado miúdo convencional (areia natural), rejeitos de mineração de nióbio à base de barita e de magnetita, e água.

4.1.1 Ligante

O material aglomerante utilizado na pesquisa foi o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI), pois ele apresenta maior quantidade de clínquer entre os cimentos disponíveis no mercado, conforme a NBR 16697 (ABNT, 2018a). A caracterização do cimento é apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Caracterização do cimento CP V-ARI

Propriedade	Norma	Valor obtido
Massa específica	ABNT NBR 16605 (ABNT, 2017)	2,8 a 3,2 g/cm ³ , a 20°C
Finura	ABNT NBR 16372 (ABNT, 2015b)	# 325
		Blaine
		1,3%
Tempo de pega	ABNT NBR 16607 (ABNT, 2018b)	Início
		Fim
		113 min
		148 min
Resistência à compressão	ABNT NBR 16697 (ABNT, 2018a)	1 dia
		3 dias
		7 dias
		28 dias
		26,1 MPa
		41,4 MPa
		47,9 MPa
		53,7 MPa

Fonte: Fabricante

4.1.2. Material de preenchimento convencional (filer)

De acordo com a Norma 412/2019 – ME (DNIT, 2019), materiais pulverulentos ou filer são partículas minerais com dimensões inferiores à abertura da peneira n° 200 (0,075 mm). Já os materiais de preenchimento são definidos como aqueles que

passam totalmente na peneira nº 100 (0,15 mm) e passam mais que 65 % na peneira de nº 200 (0,075 mm) (DNIT, 2019).

O pó de pedra utilizado é originado de rocha gnaisse, proveniente de Ouro Preto/MG. O material *in natura* foi seco em estufa a 100 ± 5 °C até a constância de massa e resfriado ao ar. Em seguida, o pó de pedra foi inserido em um peneirador com malha # 150 μm . O material passante foi acondicionado em sacos plásticos e reservado em bancada de alvenaria. O material retido foi levado para moagem em moinho de bolas, com metade do volume preenchido por esferas metálicas de diversos diâmetros e com, aproximadamente, 11 kg de pó de brita moídos simultaneamente, durante 1h30.

A Figura 4.2 apresenta a curva de distribuição granulométrica do pó de pedra utilizado nos compósitos cimentícios (após secagem, peneiramento e moagem). Como referência, também foram mostradas as curvas de zona ótima e utilizável de agregados miúdos (ABNT, 2015c).

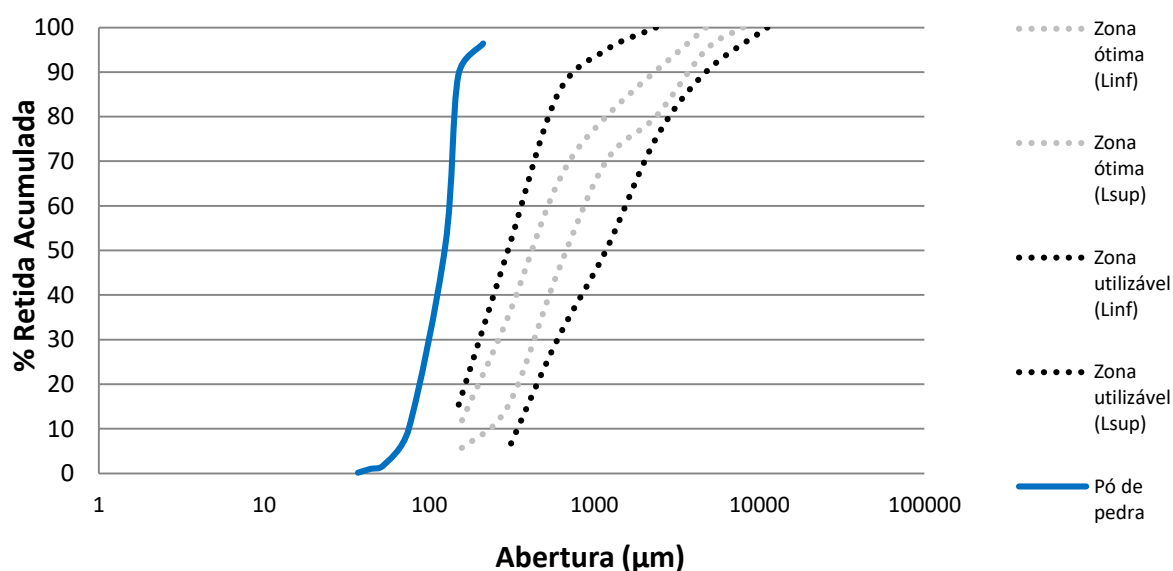


Figura 4.2 - Curva de distribuição granulométrica do pó de pedra
Fonte: Elaborado pelo autor

O pó de pedra utilizado apresentou densidade de $2,69 \text{ g/cm}^3$, dimensão máxima do agregado de $212 \mu\text{m}$ e módulo de finura de 0,1. Além disso, esse material não

poderia ser considerado puramente como filer, pois apresentou somente 9,9% das partículas passantes na peneira nº 200 (ou seja, menor que 0,075 mm). Assim, o pó de pedra utilizado representa uma fração fina inerte de granulometria compreendida entre o cimento e agregado miúdo, o qual foi denominado nesta pesquisa como material de preenchimento.

4.1.3. Agregado miúdo convencional

Segundo a NBR 7211 (ABNT, 2009a), agregado miúdo é aquele cujos grãos passam pela peneira com abertura de malha 4,75 mm. Utilizou-se areia natural comercial, da marca Pura Sílica fina, lavada e peneirada.

As amostras de areia foram secas em estufa a 100 ± 5 °C até a constância de massa e resfriados ao ar. A curva de distribuição granulométrica da areia natural está apresentada na Figura 4.3, bem como as curvas de referência para as zonas ótima e utilizável (ABNT, 2015c).

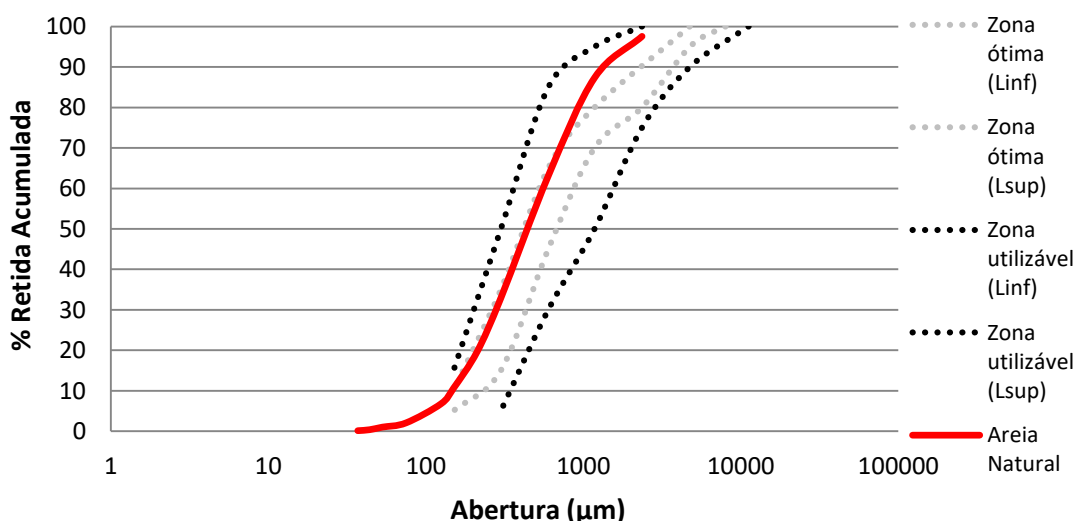


Figura 4.3 - Curva de distribuição granulométrica da areia natural

Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que a areia natural pode ser classificada dentro da zona utilizável, com cerca de 75% de suas partículas pertencentes à zona ótima, segundo NBR 7214 (ABNT, 2015c). A areia natural apresentou densidade de 2,66 g/cm³, dimensão máxima do agregado de 2,36 mm e módulo de finura de 2,08.

4.1.4. Rejeitos do processamento de nióbio

A mineradora que forneceu os rejeitos à base de barita e de magnetita/hematita está localizada no Complexo Alcalino-Carbonatítico do Barreiro, a cerca de 6 km ao sul da cidade de Araxá/MG. O complexo possui 5 km de diâmetro (ISSA FILHO; RIFFEL; SOUSA, 2001). Os rejeitos utilizados nesta pesquisa são provenientes das etapas de separação magnética, deslamagem e flotação do processamento de nióbio. A Figura 4.4 apresenta uma vista da mina.



Figura 4.4 - Vista paronâmica da mina
Fonte: Issa Filho, Riffel e Sousa (2001)

As amostras de rejeitos foram coletadas por colaboradores da empresa e transportados em recipientes fechados para o Laboratório de Caracterização de Materiais de Construção Civil e Mecânica (DEMC/UFMG).

Os rejeitos de mineração de nióbio foram secos em estufa a 100 ± 5 °C até a constância de massa, resfriados ao ar por, no máximo, 2 h, e armazenados em baldes plásticos com tampa. A Figura 4.5 apresenta as imagens dos rejeitos de concentrado de barita e à base de magnetita/hematita, após o tratamento.

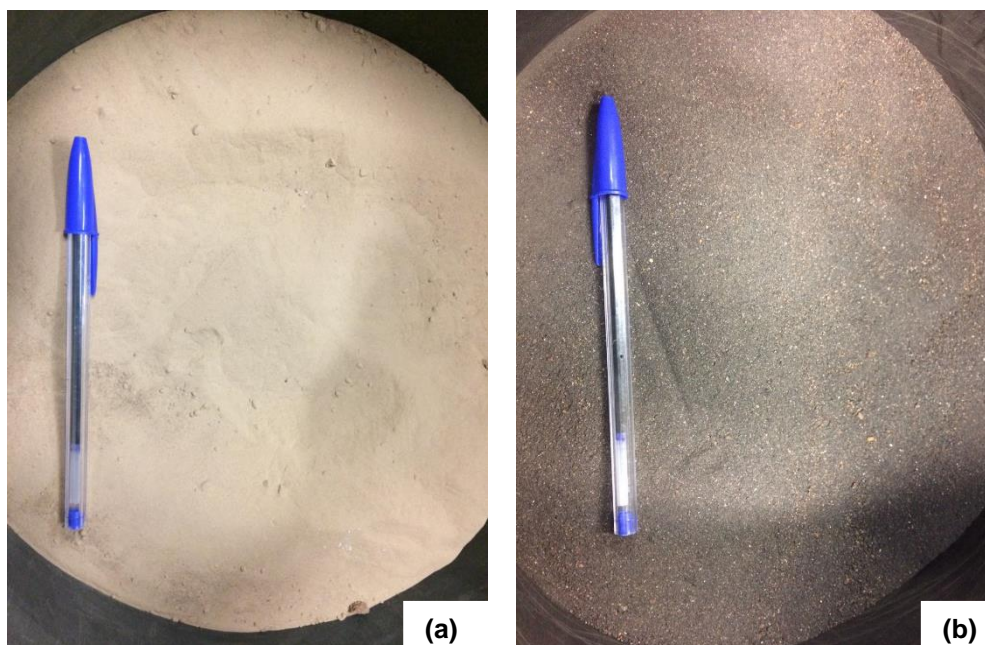


Figura 4.5 - Rejeitos da mineração do nióbio: (a) concentrado de barita, (b) concentrado de magnetita/hematita

Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que o rejeito de concentrado de barita apresenta uma coloração bege/amarelada com granulometria mais fina, enquanto o rejeito de barita/magnetita apresenta uma coloração mais escura (próxima à cor preta), com granulometria mais grossa.

4.1.5. *Água de amassamento*

Segundo a NBR 15900-1 (ABNT, 2009b), a água de abastecimento público é considerada adequada para uso em compósitos cimentícios convencionais. Assim, a água utilizada na produção das argamassas foi proveniente da rede pública de abastecimento fornecida pela Companhia de Saneamento de Minas Gerais (COPASA).

4.1.6. *Aditivo superplastificante*

Utilizou-se o aditivo superplastificante de alto desempenho MC-PowerFlow 4000, cuja massa específica é 1,12 Kg/L. A dosagem recomendada é de 0,2 a 5,0% sobre a massa de cimento.

4.2. Métodos de caracterização dos rejeitos

A Tabela 4.2 apresenta os métodos de ensaio para a caracterização das amostras de rejeitos de mineração de nióbio.

Tabela 4.2 - Métodos de ensaio para caracterização dos rejeitos

Propriedade	Método de ensaio
Composição química	Fluorescência de raios-X (FRX)
Análise mineralógica	Difração de raios-X (DRX)
Massa específica	Picnometria de gás N ₂
Granulometria	NBR NM 248 (ABNT, 2003)
Granulometria e forma das partículas	Microscopia óptica
Radioatividade	Dosimetria e quantificação de contaminação de área superficial

Fonte: Elaborado pelo autor

As análises de composição química e mineralógica foram realizadas pela empresa fornecedora dos rejeitos, por meio das técnicas de Fluorescência de Raios-X (FRX) e Difração de Raios-X, respectivamente.

A densidade dos materiais foi obtida por meio de Picnometria de Gás Nitrogênio, utilizando um analisador de densidade real, marca ACP Instruments, modelo Autodensity 100.

O tamanho de partículas foi avaliado por meio do ensaio de granulometria por peneiramento, segundo recomendações da NBR NM 248 (ABNT, 2003) e da Norma 412/2019 – ME (DNIT, 2019). Além disso, tamanho e forma dos grãos foram analisadas por imagens de microscopia óptica obtidas por lupa digital ampliadas até 75 vezes, disponível no Laboratório de Materiais Metálicos (DEMC/UFMG).

Por meio da colaboração do grupo de pesquisa The Monte Carlo Modelling Expert Group (MCMEG) do Departamento de Engenharia Nuclear (DEN/UFMG), foi possível realizar análises de dosimetria dos rejeitos. Para o monitoramento da dose, utilizou-se o medidor de taxa de dose portátil, marca Rados, modelo RDS-30 (Figura 4.6a). Para o monitoramento da radiação da área superficial dos materiais, utilizou-se o medidor de contaminação de área superficial, marca Rados, modelo RDS-80 (Figura 4.6b).

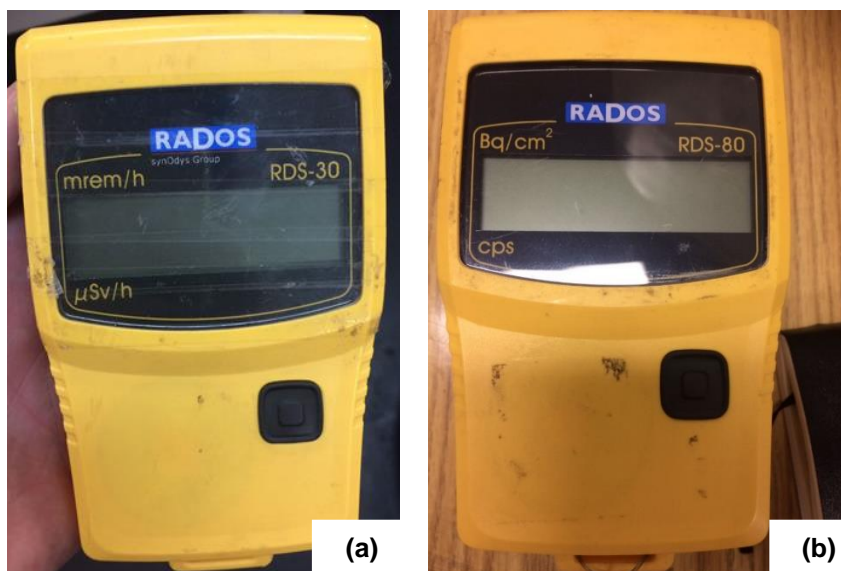


Figura 4.6 - Equipamentos para monitoramento da radioatividade dos materiais: (a) medidor de dose, (b) medidor de contaminação da área superficial

Fonte: Elaborado pelo autor

Para as análises de medição de doses, as amostras foram posicionadas em um ambiente externo, sem grandes interferências de radiação, e verificado o nível de radiação ambiente (*background*). Em seguida, definiu-se uma distância de 8 cm entre o equipamento e a superfície de cada amostra medidos com auxílio de um paquímetro. Além disso, foi estipulado o mesmo tempo de monitoramento para cada amostra (2 minutos), a fim de manter a padronização e a garantia de estabilização da leitura. Os testes foram realizados em três diferentes amostras de cada rejeito e em uma amostra de cada material convencional (Figura 4.7). Os resultados foram obtidos em $\mu\text{Sv/h}$.

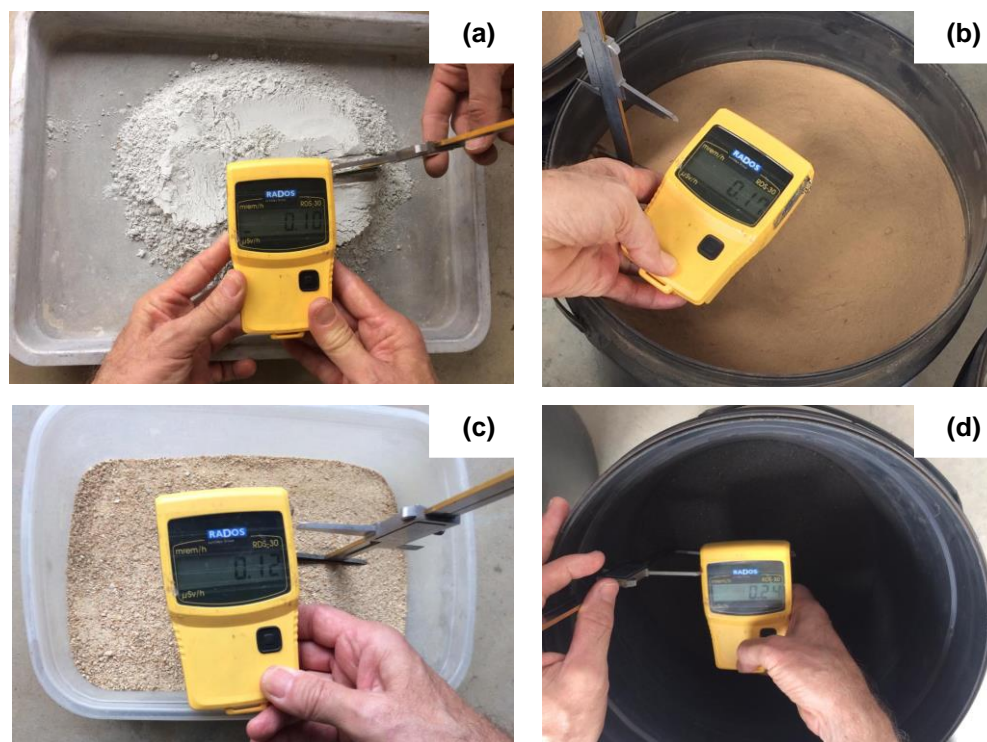


Figura 4.7 - Monitoramento da dose de radiação (a) pó de pedra, (b) concentrado de barita, (c) areia natural, (d) concentrado de magnetita/hematita

Fonte: Elaborado pelo autor

De maneira complementar e análoga, a atividade ou intensidade de radiação foi realizada por meio do monitoramento da radiação da área superficial dos materiais. O equipamento foi posicionado o mais próximo da amostra, em um tempo de medida de 1 minuto. Os resultados foram obtidos em cps (*counts per second*), indicando a taxa de contagem por unidade de tempo.

4.3. Dosagem e produção das argamassas

As matrizes cimentícias com e sem rejeitos foram avaliadas por meio de argamassas cimentícias, compostas por ligante, material de enchimento (filer), agregado miúdo e água. Em função da granulometria, a substituição dos materiais convencionais por rejeitos de mineração de nióbio se deu em dois componentes (em volume): o material de preenchimento (filer) foi substituído por rejeitos de concentrados de barita (granulometria menor), enquanto a areia natural foi substituída por rejeitos à base de magnetita/hematita (granulometria maior). Os teores de substituição (em volume) foram os mesmos para ambos os materiais, ou seja, 0% (referência), 25%,

50% e 75%. Assim, foi adotada uma nomenclatura para cada amostra: “REF” para referência (sem rejeitos), “F25A25” para amostra com 25% de substituição dos materiais convencionais pelos rejeitos, “F50A50” para amostra com 50% de substituição dos materiais convencionais pelos rejeitos, e “F75A75” para amostra com 75% de substituição dos materiais convencionais pelos rejeitos.

Antes da dosagem experimental dos compósitos, foi realizado um estudo teórico de empacotamento de partículas, por meio do software EMMA - Elkem Materials Mixture Analyser – desenvolvido pela Elkem, empresa norueguesa produtora de silicones, silício, ligas para a indústria de fundição, carbono e microssílica (ELKEM, 2021). Nesse software, a distribuição do tamanho de partículas é realizada pela a combinação de materiais escolhidos pelo usuário. Em seguida, a distribuição do tamanho das partículas é comparada ao modelo de Andreassen, no qual o empacotamento ideal ocorre quando a distribuição do tamanho de partículas é descrita pela Equação 4.1.

$$CPFT = \left(\frac{d}{D}\right)^q \times 0,100 \quad (4.1)$$

Em que:

CPFT: porcentagem cumulativa (em volume) mais fina que partículas de diâmetro D;

d: tamanho da partícula;

D: tamanho máximo de partícula;

q: coeficiente de distribuição.

Contudo, a distribuição de Andreassen supõe uma distribuição infinita para partículas cada vez menores. Para lidar com esse problema, desenvolveu-se o modelo de distribuição Andreassen modificado, conforme apresentado pela Equação 4.2.

$$CPFT = \left(\frac{d^q - d_m^q}{D^q - d_m^q}\right) \quad (4.2)$$

Em que:

CPFT: porcentagem cumulativa (em volume) mais fina que partículas de diâmetro D;

d: tamanho da partícula;

dm: tamanho mínimo de partícula da distribuição;

D: tamanho máximo de partícula;

q: coeficiente de distribuição.

A Equação 4.2 leva em consideração um tamanho mínimo de partículas e pode ser aplicada para concretos vibráveis, argamassas e concretos autoadensáveis. Em um gráfico logarítmico, o modelo de Andreassen fornece uma linha reta, enquanto a equação modificada fornece uma curva descendente (ELKEM, 2021).

O coeficiente de distribuição de tamanho de partícula (q), presente em ambos os modelos, é definido como uma medida da contribuição das várias classes de tamanho de materiais que compõem a mistura, em uma distribuição geral de partículas de tamanhos diferentes (SILVA et al., 2010). Simulações computacionais demonstram que o valor de q igual a 0,37 fornece maior densidade de empacotamento de partículas. Valores mais baixos geralmente mantêm o empacotamento de partículas a um máximo, enquanto valores de q mais altos exibem certo resíduo de porosidade (ORTEGA et al. 1997; CASTRO; PANDOLFELLI, 2009).

Em relação ao ajuste das curvas, o emprego do Método dos Mínimos Quadrados tem por objetivo ajustar duas funções ($g(x) = f(x)$), ou seja, determinar os coeficientes que fazem com que $g(x)$ se aproxime ao máximo de $f(x)$. Dados os pontos $(x_i, f(x_i))$, $i = 1, \dots, n$ e a função $g(x) = \beta_1 g_1(x) + \beta_2 g_2(x) + \dots + \beta_n g_n(x)$ os coeficientes $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n$ são aqueles que minimizam a função (Equação 4.3), aproximando $g(x)$ ao máximo de $f(x)$.

$$\sum_{i=1}^n (g(x_i) - f(x_i))^2 \quad (4.3)$$

Supõe-se que x seja uma variável independente (ou preditora), conhecida exatamente y , uma variável dependente (ou resposta). Assim, por meio do Método dos Mínimos Quadrados é possível encontrar os valores de $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n$ que minimizem a soma residual de quadrados, indicando o melhor ajuste à curva (AGNEW; CONSTABLE, 2008).

Para a dosagem experimental, adotou-se uma proporção de referência dos materiais com o traço básico (em massa) de 1 : 0,5 : 3 (cimento : material de preenchimento : agregado miúdo). O material de preenchimento foi composto por pó de pedra e/ou concentrado de barita, e o agregado miúdo foi composto por areia natural e/ou concentrado de magnetita/hematita. Devido a elevada massa específica dos resíduos, salienta-se que a substituição dos materiais convencionais pelos rejeitos foi feita em volume. A relação água/cimento (a/c) foi fixada em 0,5 para todas as amostras. A fim de se obter uma consistência plástica (165 ± 10 mm), conforme Tortolani (2008), utilizou-se aditivo superplastificante na proporção de 5% da massa de cimento para todas as amostras. Esse teor foi determinado de forma experimental por meio de testes de índice de consistência (*Flow table*), descrito no item 4.4.1. Os resultados do teste foram apresentados na Tabela 5.9. Portanto, a Tabela 4.3 apresenta as proporções finais de mistura das argamassas cimentícias com e sem rejeitos.

Tabela 4.3 - Composição dos traços por consumo de cimento. Substituição dos materiais feita em volume

Traço	Cimento (kg/m ³)	Pó de brita (kg/m ³)	Barita (kg/m ³)	Areia (kg/m ³)	Magnetita (kg/m ³)	Água (kg/m ³)	Aditivo (%)
REF	467,91	233,95	-	1.403,72	-	233,95	5,0
F25A25	467,91	175,46	96,31	1.052,79	648,56	233,95	5,0
F50A50	467,91	116,98	192,63	701,86	1.297,12	233,95	5,0
F75A75	467,91	58,49	288,94	350,93	1.945,68	233,95	5,0

Fonte: Elaborado pelo autor

Os materiais foram colocados na argamassadeira a partir da mesma sequência, conforme a NBR 7215 (ABNT, 2019a), embora tenha havido algumas adaptações devido à incorporação dos rejeitos e aditivo. Inicialmente, todos os materiais sólidos foram colocados em um recipiente plástico e misturados manualmente, com auxílio de uma espátula. Em seguida, a cuba e a pá da argamassadeira foram lubrificadas com água. Posteriormente, os materiais sólidos foram colocados na cuba e a argamassadeira foi acionada durante 30 s em baixa velocidade. Em seguida, foi colocado metade do volume de água e a argamassadeira foi acionada durante 30 s em baixa velocidade. Na sequência, o equipamento foi desligado e os materiais foram misturados manualmente, com auxílio de uma espátula. Logo após, foi colocado o restante do volume de água e a argamassadeira foi acionada durante 30 s em baixa velocidade. Em seguida, o equipamento foi desligado e realizada mistura

manual. Na sequência, foi colocado metade do volume de aditivo e a argamassadeira foi acionada durante 60 s em baixa velocidade. Posteriormente, o equipamento foi desligado e realizada mistura manual. Em seguida, foi colocado o restante do volume de aditivo e a argamassadeira foi acionada durante 60 s em baixa velocidade e 120 s em alta velocidade. Por fim, alterou-se para baixa velocidade durante 120 s.

Foram moldados 24 corpos de prova prismáticos (4 cm x 4 cm x 16 cm), 36 cilíndricos menores (\varnothing 5 cm x 10 cm) e 12 cilíndricos maiores (\varnothing 10 cm x 20 cm), totalizando 72 corpos de prova. O formato das amostras foi determinado em função das condições inerentes a cada tipo de ensaio. A moldagem dos corpos de prova seguiu as recomendações da NBR 5738 (ABNT, 2015d). O adensamento foi realizado em uma mesa vibratória, colocando-se 2 camadas para os corpos de prova prismáticos e cilíndricos menores, e em 3 camadas para os corpos de prova cilíndricos maiores. Após a moldagem, as amostras foram identificadas e cobertas com plástico por 96 h. Esse tempo foi definido em ensaios preliminares, em que tempos de desmoldagem precoces levaram à fragmentação das amostras, possivelmente devido aos elevados teores de aditivo superplastificante. Em seguida, os corpos de prova foram desmoldados e submetidos à cura submersa em solução saturada de hidróxido de cálcio a $23 \pm 2^\circ\text{C}$, conforme recomenda a NBR 5738 (ABNT, 2015d).

4.4. Métodos de ensaios das argamassas

Este item destina-se a apresentar os métodos de ensaios para avaliação das argamassas quanto às propriedades no estado fresco e endurecido (análises físico-mecânicas e de durabilidade).

4.4.1. Propriedades no estado fresco

Após a produção das argamassas, a trabalhabilidade foi verificada por meio do ensaio *Flow Table*, que determina o índice de consistência, conforme as recomendações da NBR 13276 (ABNT, 2016). Encheu-se um molde metálico

troncônico com argamassa em 3 camadas sucessivas, com alturas iguais, e aplicou-se em cada uma delas, respectivamente, 15, 10 e 5 golpes, de maneira uniforme. Posteriormente, foi realizado o rasamento do topo e retirado o molde metálico. Logo após, aplicou-se 30 golpes em 30 s na mesa e o espalhamento da argamassa foi medido com auxílio do paquímetro em três diâmetros distintos. A média aritmética simples dessas 3 medidas corresponde ao índice de consistência. Além da consistência e da plasticidade, o ensaio permite analisar a coesão dos materiais, identificando, visualmente, segregação e/ou exsudação da argamassa (ALMADA, 2021).

A densidade e o teor de ar incorporado na argamassa no estado fresco foram avaliados conforme a NBR 13278 (ABNT, 2005a), utilizando o aparelho medidor de ar, conforme a Figura 4.8.



Figura 4.8 - Medidor do teor de ar incorporado à argamassa
Fonte: Elaborado pelo autor

Inicialmente, pesou-se o recipiente vazio com uma placa de vidro. Em seguida, o recipiente foi enchido com água e rasado com espátula, para que não houvesse bolhas de ar. Assim, o volume do recipiente foi calculado, segundo a Equação 4.4.

$$V_r = m_a - m_v \quad (4.4)$$

Em que:

V_r : volume do recipiente cilíndrico, expresso em cm^3 ;

m_a : massa do recipiente com água e a placa de vidro, expressa em g;

m_v : massa do recipiente vazio com a placa de vidro, expressa em g.

Posteriormente, a água foi descartada e procedeu-se ao preparo da argamassa para os quatro traços. O recipiente foi preenchido em três camadas de alturas aproximadamente iguais, aplicando-se 20 golpes ao longo do perímetro. O recipiente foi rasado com espátula e, em seguida, pesou-se a massa do recipiente com a argamassa, a fim de se obter a densidade de massa, conforme a Equação 4.5.

$$d = \frac{m_c - m_v}{v_r} \times 1000 \quad (4.5)$$

Em que:

d : densidade da argamassa no estado fresco, expressa em kg/m^3 ;

m_c : massa do recipiente cilíndrico contendo a argamassa de ensaio, expressa em g;

m_v : massa do recipiente cilíndrico vazio, expressa em g;

v_r : volume do recipiente cilíndrico, em cm^3 .

Em seguida, o recipiente foi hermeticamente fechado e injetou-se água por meio da torneira de escoamento até que o líquido fosse expelido pela válvula oposta, garantindo-se, assim, que todo o ar tenha sido expelido. Logo após, aplicou-se uma pressão inicial com bomba manual e aguardou-se alguns segundos para que o ar se comprimisse. Em seguida, as válvulas de entrada e de saída de água foram fechadas simultaneamente e a alavanca foi pressionada para liberar o ar contido na câmara. A porcentagem de ar foi lida no mostrador. Por fim, abriu-se a válvula e pressionou-se a alavanca para liberar a pressão.

4.4.2. *Propriedades físico-mecânicas*

A Tabela 4.4 sintetiza os ensaios realizados para os parâmetros físicos e mecânicos.

Tabela 4.4 - Ensaios realizados para avaliar os parâmetros físicos e mecânicos

Propriedade	Pré-condicionamento	Idades do ensaio (dias)	Método	Nº CPs	Dimensões CPs (cm)	
					Ø10x 20	4x4x 16
Resistência à compressão	Cura	7 e 28	NBR 16738 (ABNT, 2019b)	24		X
Resistência à tração na flexão	Cura	7 e 28	NBR 16738 (ABNT, 2019b)			
Módulo de Elasticidade Dinâmico	Cura	7, 28 e 63	C215-19 (ASTM, 2008)	12	X	
Absorção de água por capilaridade	Cura	7 e 28	NBR 9779 (ABNT, 2012a) e NBR 15259 (ABNT, 2005b)	24	X ⁽¹⁾	
Absorção de água por imersão, índice de vazios e massa específica	Cura: 7 e 28 dias Secagem em estufa: 72h Imersão: em água: 72h Água em ebulição: 5h	7 e 28	NBR 9778 (ABNT, 2005c) e NBR 9779 (ABNT, 2012a)	24	X ⁽¹⁾	

Nota:
CP – Corpo de prova.
⁽¹⁾ CP Ø 5 x 10 cm

Fonte: Elaborado pelo autor

A seguir, são detalhados os procedimentos experimentais de cada ensaio para determinação das propriedades físico-mecânicas, conforme listados na Tabela 4.4.

Todos os testes foram realizados em triplicata e os resultados foram tratados pelos métodos estatísticos ANOVA (análise de variância) e Teste Tukey (par a par), considerando nível de significância de 5%.

4.4.2.1. Resistência à tração na flexão

Os corpos de prova prismáticos foram rompidos nas idades 7 e 28 dias, conforme preconiza a NBR 16738 (ABNT, 2019b). A resistência à tração na flexão é determinada pelo método de três pontos de carregamento, segundo a NBR 16738 (ABNT, 2019b) (Figura 4.9).

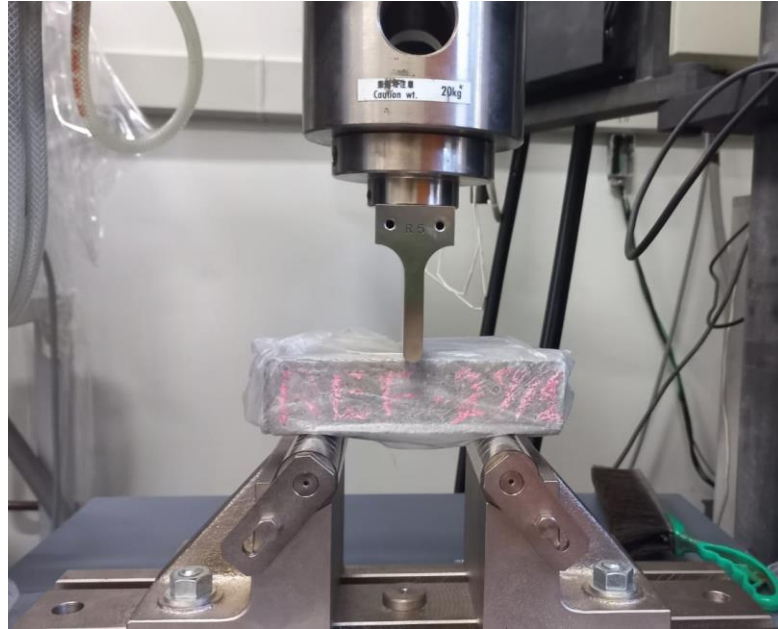


Figura 4.9 - Ensaio de resistência à tração na flexão
Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores de resistência à tração na flexão foram obtidos a partir da Equação 4.6.

$$f_{t,f} = \frac{1,5F \cdot a}{b^3} \quad (4.6)$$

Em que:

$f_{t,f}$: resistência à tração na flexão, expressa em MPa;

b : lado da seção quadrada do prisma, expresso em mm;

F : força aplicada no centro do prisma, expressa em N;

a : distância entre os apoios, expressa em mm.

4.4.2.2. Resistência à compressão

Após a ruptura por flexão, as respectivas metades dos corpos de prova prismáticos foram rompidos por compressão nas idades 7 e 28 dias, conforme preconiza a NBR 16738 (ABNT, 2019b). Para isso, foram posicionados dois pratos metálicos auxiliares de seção quadrada de 40 mm x 40 mm acima e abaixo da amostra, conforme mostrado na Figura 4.10.

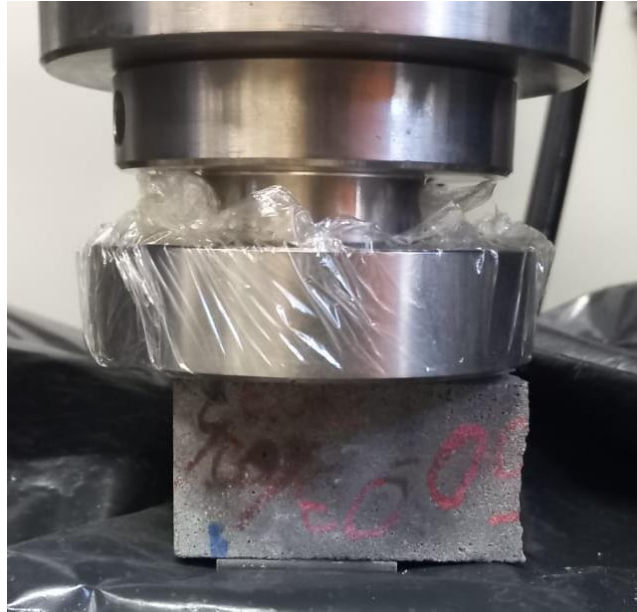


Figura 4.10 - Ensaio de resistência à compressão
Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores de resistência à compressão foram obtidos a partir da Equação 4.7.

$$f_c = \frac{F_c}{A} \quad (4.7)$$

Em que:

f_c : resistência à compressão, expressa em MPa;

F_c : força máxima de ruptura, expressa em N;

A : área dos pratos ou das placas auxiliares (1600 mm²).

4.4.2.3. Módulo de elasticidade dinâmico

O módulo de elasticidade dinâmico foi determinado pelo método de frequência ressonante forçada no modo longitudinal, segundo as recomendações da norma C215-19 (ASTM, 2008). Foram utilizados corpos de prova cilíndricos maiores (Ø 10 cm x 20 cm) saturados com superfície seca. A aplicação do pulso ultrassônico e a aferição da frequência ressonante foram realizadas por meio do equipamento *Erudite MKII Resonance Frequency Test System*, nas frequências entre 9000 e 12000 Hz, com tensão de 0,50 V, conforme a Figura 4.11.



Figura 4.11 - Montagem do equipamento para ensaio de módulo de elasticidade dinâmico
Fonte: Elaborado pelo autor

Os valores do módulo de elasticidade foram obtidos por meio da Equação 4.8.

$$Ed = 5,093 \cdot \frac{L}{D^2} \cdot M \cdot F^2 \cdot 10^{-9} \quad (4.8)$$

Em que:

Ed: módulo de elasticidade dinâmico, expresso em GPa;

L: comprimento do corpo de prova, expresso em m;

D: diâmetro do corpo de prova, expresso em m;

F: frequência do modo fundamental da vibração longitudinal, expresso em Hz;

M: massa do corpo de prova, expressa em Kg.

4.4.2.4. Absorção de água (por imersão e por capilaridade), índice de vazios e massa específica

A absorção de água foi avaliada pelos métodos de absorção por capilaridade e por imersão. O primeiro fornece a taxa de absorção de capilar e o segundo permite obter o valor de absorção por imersão, a massa específica seca e o índice de vazios (porosidade aberta).

Os procedimentos adotados para o ensaio de absorção de água por capilaridade seguiram as recomendações das normas NBR 9778 (ABNT, 2005c), NBR 9779 (ABNT, 2012b) e a NBR 15259 (ABNT, 2005b). A absorção de água por capilaridade e o coeficiente de capilaridade foram obtidos pelas Equações 4.9 e 4.10, conforme a NBR 9779 (ABNT, 2012b) e a NBR 15259 (ABNT, 2005b).

$$A_c = \frac{m_{\text{sat}} - m_s}{S} \quad (4.9)$$

$$C = m_{90} - m_{10} \quad (4.10)$$

Em que:

A_c : absorção de água por capilaridade, expressa em g/cm²;

m_{sat} : massa do corpo de prova saturada após período de tempo especificado, expressa em g;

m_s : massa do corpo de prova seco, expressa em g;

S : área de seção transversal, expressa em cm²;

m_{10} : massa do corpo de prova após 10 minutos, expressa em g;

m_{90} : massa do corpo de prova após 90 minutos, expressa em g.

Para o ensaio de absorção de água por capilaridade, as amostras cilíndricas foram secas em estufa até constância de massa e mantidas sobre uma lâmina de água, conforme a Figura 4.12.



Figura 4.12 - Ensaio de absorção de água por capilaridade
Fonte: Elaborado pelo autor

A análise da absorção de água por imersão seguiu as recomendações da norma NBR 9778 (ABNT, 2005c). Após a cura, os corpos de prova foram mantidos em estufa durante 72 h, a fim de registrar a massa da amostra seca. Posteriormente, os corpos de prova foram imersos em água à temperatura ambiente durante 72 h. Em seguida, as amostras foram colocadas em um recipiente cheio de água em ebulição durante 5 h, mantendo-se constante o volume de água (Figura 4.13a).

Em seguida, deixou-se a água esfriar naturalmente até a temperatura ambiente, secou-se a superfície das amostras e, na sequência, registrou-se a massa da amostra em condição saturada e a massa imersa em balança hidrostática (Figura 4.13b).

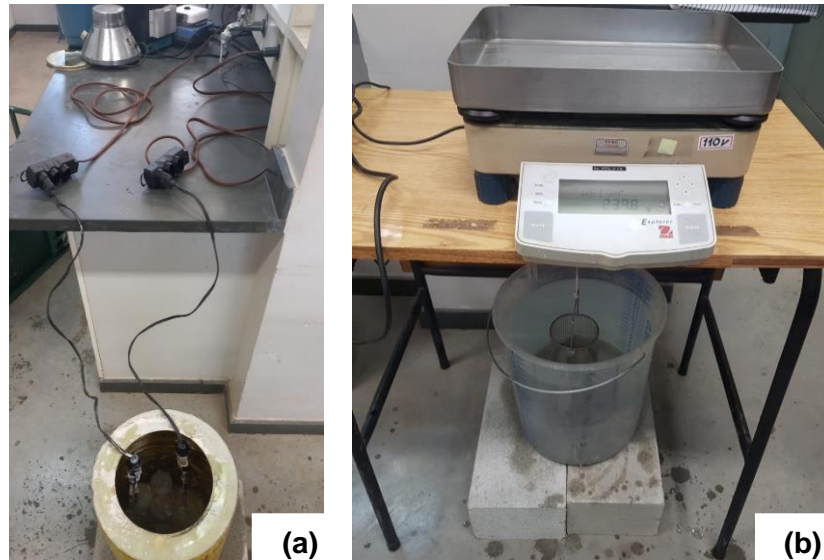


Figura 4.13 - Ensaio de absorção de água por imersão: (a) amostras submersas em água em ebulição, (b) balança hidrostática

Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados da absorção de água, da porosidade aberta e da massa específica seca foram obtidos por meio da Equação 4.11.

$$A_i = \frac{M_s - M_{seca}}{M_{seca}} \cdot 100 \quad (4.11)$$

Em que:

A_i : absorção por imersão, expressa em %;

M_{seca} : massa da amostra seca em estufa, expressa em g;

M_s : massa da amostra saturada em água após imersão em fervura e secagem da superfície, expressa em g;

M_i : massa da amostra imersa em água após fervura, expressa em g.

4.4.3. Parâmetros de durabilidade

A Tabela 4.5 sintetiza os ensaios realizados para os parâmetros de durabilidade.

Tabela 4.5 - Ensaio realizados para avaliar os parâmetros de durabilidade

Propriedade	Pré-condicionamento	Condicionamento	Idades de condicionamento (dias)	Método	Nº CPs	Dimensões CPs (cm)	
						Ø10x20	4x4x16
Resistividade elétrica (método volumétrico)	Cura	NA	7, 28 e 63	NBR 9204 (ABNT, 2012c)	12	X	
Condutividade elétrica	NA	NA	7 e 28	Adaptado de Almeida (2013)		X ⁽²⁾	
Profundidade de carbonatação	Cura: 28 dias Secagem em ambiente: 14 dias	Teor CO ₂ : (3,0±0,5)% Umidade: (65±5)% Temp.: (22 ±2)°C	30	CPC-18 (RILEM TC56-MHM, 1988) e 1920-12 (ISO, 2015)	12	X ⁽²⁾	
pH da solução dos poros	Cura: 28 dias Secagem em ambiente: 14 dias	NA	30	1920-12 (ISO, 2015)			
Profundidade de penetração de cloretos	Cura: 28 dias Secagem em ambiente: 14 dias	Solução NaCl 3,5%	30	T 259-02 (AASHTO, 2017)	12	X ⁽²⁾	
Exposição a elevadas temperaturas ⁽¹⁾	Cura: 28 dias Secagem em estufa: 48h, a 100°C	200 e 800°C	28	TC 200-HTC (RILEM, 2007a, 2007b, 2007c) e 129-MHT (RILEM, 1997, 1998, 2000a, 2000b, 2000c, 2004, 2005)	24	X ⁽²⁾	
Atenuação da radiação	Cura: 28 dias Secagem em ambiente: 14 dias	NA	NA	DEN/UFMG	12	X ⁽²⁾	

Nota:
 CP – Corpo de prova; NA – Não se aplica;
⁽¹⁾ Resistência à compressão e perda de massa;
⁽²⁾ CP Ø 5 x 10 cm

Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que houve dois tipos de secagem. Para os ensaios de profundidade de carbonatação e de penetração de cloretos, a secagem foi no ambiente de laboratório durante 14 dias. Para os demais, a secagem foi realizada em estufa.

A seguir, são detalhados os procedimentos experimentais relativos a cada ensaio para avaliação da durabilidade das argamassas estudadas (listados na Tabela 4.5). Todos os testes foram realizados em triplicata e os resultados foram tratados pelos métodos estatísticos ANOVA (análise de variância) e Teste Tukey (par a par), considerando nível de significância de 5%.

4.4.3.1. Resistividade elétrica pelo método volumétrico

A determinação da resistividade elétrico-volumétrica seguiu as recomendações da NBR 9204 (ABNT, 2012c). Um circuito em série foi montado, o qual é composto por duas resistências elétricas: uma do equipamento e a outra da amostra. Foram colocadas duas placas de cobre com palhas de aço umedecidas na superfície de contato entre elas e as amostras, de modo a garantir a passagem da corrente elétrica. Após a montagem do equipamento, uma tensão foi aplicada entre as placas (dois eletrodos localizados nas superfícies da base e do topo das amostras), ultrapassando todo o corpo de prova cilíndrico saturado (\varnothing 10 cm x 20 cm). Feito isso, foram realizadas leituras da corrente elétrica que atravessa a amostra. Para realizar esse ensaio foi utilizado o equipamento Gerador de Função Digital FG-8102 da Politerm, que gera uma diferença de potencial de, aproximadamente, 8V (Figura 4.14).

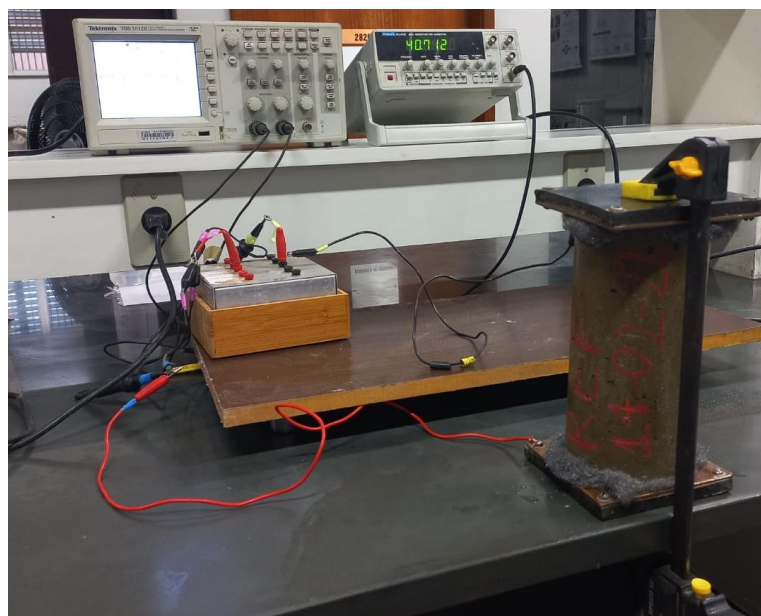


Figura 4.14 - Montagem do sistema para o ensaio de resistividade elétrica
Fonte: Elaborada pelo autor

A resistividade elétrica foi obtida pela Lei de Ohm, conforme a Equação 4.12.

$$\rho = \left(\frac{\Delta V}{i} \right) \cdot \frac{A}{L} \quad (4.12)$$

Em que:

ρ : Resistividade elétrica, expressa em $\Omega.m$;

ΔV : Diferença de potencial, expressa em V;

i : Corrente elétrica do circuito, expressa em A;

A: Área da seção transversal, expressa em m^2 ;

L: comprimento da amostra, expressa em m.

Cabe destacar que a resistividade volumétrica leva em consideração a condição de cura. Quando as amostras são saturadas em água com cal, há redução média de 10% da resistividade elétrica (AASHTO, 2015). Por esse motivo, os valores obtidos no ensaio foram multiplicados pelo fator de cura equivalente a 1,10.

4.4.3.2. Condutividade elétrica da solução aquosa dos poros

A condutividade elétrica das matrizes cimentícias está relacionada à mobilidade dos íons em seu interior, e pode ser considerada inversamente proporcional à resistividade elétrica (ALMEIDA, 2013). Nesse sentido, a maior mobilidade desses íons representa maior condutividade elétrica na solução dos poros, facilitando uma eventual formação do processo de corrosão das armaduras.

A condutividade elétrica foi verificada para a solução aquosa dos poros de argamassa, de modo a analisar a influência da idade de cura e do teor de rejeitos nessa propriedade das matrizes cimentícias. O método utilizado para este ensaio foi adaptado de Almeida (2013). Os corpos de prova provenientes dos ensaios de físico-mecânicos foram moídos em um moinho de bola durante 15 minutos. Em seguida, $2,625 \pm 0,005$ g do pó de cada amostra foram misturados a 100 ml de água deionizada, de forma proporcional à adotada por Silva (2016). As suspensões foram homogeneizadas em um misturador magnético durante 1 h (Figura 4.15a).

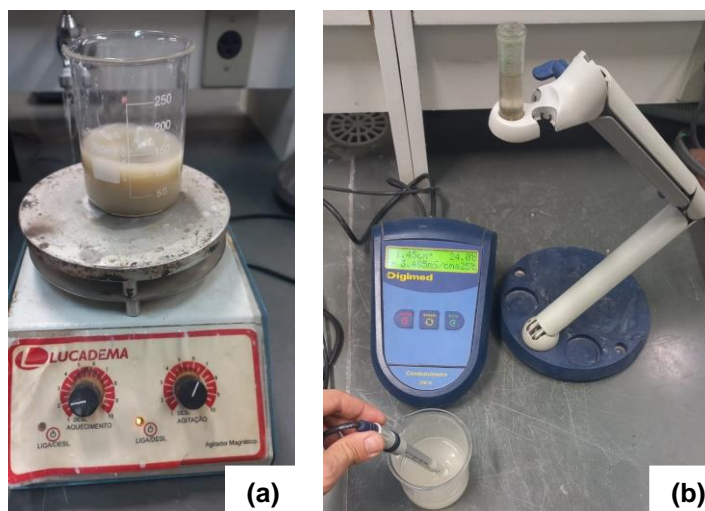


Figura 4.15 - Ensaio de condutividade elétrica: (a) solução no misturador magnético, (b) condutivímetro
Fonte: Elaborado pelo autor

Após esse período, aguardou-se 15 minutos para completa deposição dos grãos no fundo do recipiente e, posteriormente, a condutividade elétrica foi medida no condutivímetro Digimed DM-32, inserindo a célula na parte superior do recipiente (Figura 4.15b).

4.4.3.3. Profundidade de carbonatação e pH da solução dos poros

As análises da profundidade de carbonatação e do pH da solução dos poros foram realizadas segundo recomendações das normas CPC-18 (RILEM TC56-MHM, 1988) e 1920-12 (ISO, 2015), respectivamente.

Após a cura em solução saturada de hidróxido de cálcio e secagem em ambiente de laboratório durante 14 dias, os corpos de prova cilíndricos foram mantidos em câmara de carbonatação acelerada com concentração de $3,0 \pm 0,5\%$ em volume, umidade relativa equivalente a $65 \pm 5\%$ e temperatura de $22 \pm 2^\circ\text{C}$, conforme a Figura 4.16.



Figura 4.16 – Ensaio de carbonatação acelerada: (a) câmara de carbonatação, (b) cilindro de CO₂

Fonte: Elaborado pelo autor

Após o período de condicionamento (30 dias em câmara de carbonatação), as amostras foram seccionadas diametralmente, com o propósito de aspergir a solução de fenolftaleína (composta por 70% de álcool etílico, 29% de água destilada e 1% de fenolftaleína). Assim, mediante uso do paquímetro digital, conforme Figura 4.17, foram realizadas 10 leituras da região incolor da superfície rompida, totalizando 20 leituras para cada traço, sendo o resultado obtido pela média aritmética simples.

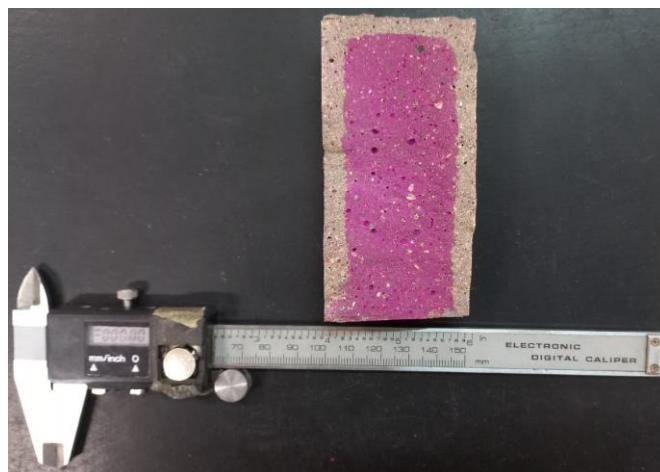


Figura 4.17 - Ensaio de carbonatação
Fonte: Elaborado pelo autor

O pH da solução dos poros foi obtido pelo método do pó em suspensão após o ensaio colorimétrico de profundidade de carbonatação. Com o auxílio de uma furadeira, foram feitos furos de, aproximadamente, 3 mm de diâmetro e 5mm de profundidade ao longo da região não carbonatada (região central da amostra) e da região carbonatada (face externa da amostra). O pó proveniente dos furos foi coletado e imediatamente armazenado em um saco plástico hermeticamente fechado. Em seguida, $2,000 \pm 0,005$ g do pó de cada região e de cada amostra foi misturado, separadamente, com 40 ml de água deionizada, de forma proporcional à adotada por Almada (2021). As suspensões foram homogeneizadas em um misturador magnético durante 1 h. Após esse período, aguardou-se 15 minutos para completa deposição dos grãos no fundo do recipiente e, posteriormente, o pH foi medido no pHmetro Digimed DM-22 (Figura 4.18), inserindo a célula na parte superior do recipiente.



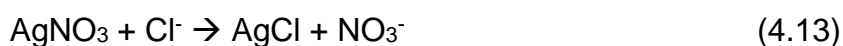
Figura 4.18 - pHmetro
Fonte: Elaborado pelo autor

4.4.3.4. Profundidade de penetração de cloretos

A profundidade de penetração de cloretos foi avaliada por meio do método colorimétrico de aspersão de solução de nitrato de prata (AgNO_3). Após a cura em solução saturada de hidróxido de cálcio e a secagem em ambiente de laboratório durante 14 dias, os corpos de prova foram mantidos em solução aquosa com 3,5%

de NaCl durante 30 dias. Após o período de condicionamento, as amostras foram secas em estufa a $100 \pm 5^\circ\text{C}$ durante 48 h, mantidas em ambiente de laboratório por mais 72 h e, na sequência, foram rompidas diametralmente. Por fim, foi aspergida solução de 0,1 M de AgNO_3 sobre a superfície rompida, a fim de avaliar a profundidade de penetração de cloretos.

Após a aspersão da solução de AgNO_3 , as reações fotoquímicas ocorrem em função da combinação de íons de prata e íons cloro livres, formando o cloreto de prata (AgCl), cuja coloração é esbranquiçada (PONTES *et al.*, 2021), conforme destaca a Equação 4.13.



A avaliação da frente de penetração de cloretos foi realizada pela média aritmética simples de 10 medidas da região esbranquiçada da superfície lateral de cada corpo de prova, mediante uso do paquímetro digital, conforme a Figura 4.19.



Figura 4.19 - Ensaio profundidade penetração de cloretos
Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados indicam que, quanto maior a espessura da região esbranquiçada, maior é a profundidade de presença de cloretos livres, que são prejudiciais à iniciação e propagação do processo corrosivo da armadura.

4.4.3.5. Exposição a elevadas temperaturas

A perda de massa e a resistência à compressão residual das argamassas foram avaliadas em condições de exposição a elevadas temperaturas. Após a cura, os corpos de prova cilíndricos foram secos em estufa durante 48 h, a $100^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Em seguida, a massa dos corpos de prova foram medidas e as amostras foram colocadas em forno a gás (simulador de incêndio), marca Grion, nº série 1818, 17.000 Kw/Kcal, 1 KVA, 220 V, conforme Figura 4.20. A temperatura no interior do forno foi mantida pelo controlador eletrônico microprocessado de temperatura, permitindo a programação de patamar. O ensaio de exposição a elevadas temperaturas foi realizado no Laboratório de Mecânica dos Pavimentos e Materiais (CEFET/MG).



Figura 4.20 - Forno para ensaio simulador de incêndio
Fonte: Elaborada pelo autor

Os ensaios em compósitos cimentícios até 200°C representam condições de serviço (exposição a longos períodos com temperaturas até 200°C) e, até 750°C ou acima, condições de acidente (exposição a elevação rápida de temperatura até 750°C), conforme orienta o sistema normativo (RILEM, 1997, 1998, 2019a, 2019b, 2000c, 2000a, 2000b, 2004, 2005, 2007a, 2007c, 2007b). Porém, conforme Sikora *et al.* (2019), devido ao fato de concretos pesados serem comumente utilizados em usinas

nucleares, onde, normalmente, a temperatura gerada pelo vapor d'água pode chegar a 350°C, e, em caso de acidentes entre 500°C e 1.000°C, as amostras foram submetidas a temperaturas de 300 °C e 700 °C, além de ter sido baseado em outros estudos que utilizaram corpos de prova com argamassa (HORSZCZARUK *et al.*, 2017; SIKORA, 2020a, 2020b; SIKORA *et al.*, 2018; YAO *et al.*, 2017).

A norma TC 129-MHT (RILEM, 2004) recomenda que a taxa de aquecimento/resfriamento e o patamar de manutenção da temperatura sejam adotados em função do diâmetro do corpo de prova, conforme é apresentado na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Recomendações para aquecimento e resfriamento

Diâmetro máximo da amostra (mm)	Taxa de aquecimento ou resfriamento (°C/min)	Patamar de manutenção da temperatura (min)
150	0,5	16
100	1,0	8
80	2,0	4
60	4,0	2

Fonte: RILEM (2004)

No ensaio realizado, o forno a gás utilizado foi configurado para realizar uma taxa de aquecimento de 4,0 °C/min. Esse equipamento não permite a configuração da taxa de resfriamento, mas os corpos de prova, após o desligamento do forno, foram mantidos no interior do equipamento e feito o acompanhamento do resfriamento. Assim, garantiu-se condições similares às apresentadas pela RILEM (2004). No que diz respeito à temperatura de patamar, embora haja recomendação da norma TC 129-MHT (RILEM, 2004) para se adotar a temperatura de manutenção durante 2 min, o patamar foi mantido durante 10 minutos, a fim de estabilizar a temperatura em toda a superfície da amostra.

Após a exposição a elevadas temperaturas, aguardou-se o resfriamento das amostras para aferir a massa e realizar a inspeção visual. Por fim, a resistência à compressão dos corpos de prova (Ø 5 cm x 10 cm) foi avaliada. Os corpos de prova foram colocados em um par de pratos de aço, sendo o fundo de neoprene utilizado como almofada de capeamento elastomérico, conforme a Figura 4.21.



Figura 4.21 – Ensaio de resistência à compressão residual
Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, foi possível calcular a resistência à compressão residual dos compósitos cimentícios submetidos a diferentes temperaturas.

4.4.3.6. Atenuação da radiação

O comportamento das argamassas também foi avaliado frente à exposição de fontes de radiação. De acordo com Day e Stein (1949), a radiação ionizante é o termo usado para partículas (nêutrons, alfa/beta, prótons e elétrons) e ondas eletromagnéticas (raios X e gama) que carregam energia suficiente para remover elétrons ligados aos átomos e às moléculas. A radiação gama refere-se à radiação eletromagnética de alta frequência, sendo fótons energéticos eletricamente neutros, os quais são emitidos pelo núcleo do átomo em transição, desde o estado de alta energia para um estado de menor energia. Os raios X são também radiação ionizante, mas com nível de energia menor e emitidos por elétrons (WILLAM; XI; NAUS, 2013).

Segundo Albuquerque (2014), a interação da radiação com a matéria é complexa, sendo dependente da natureza do processo que ocorre e está vinculada à energia da radiação e ao número atômico do material. Assim, a interação da radiação com a matéria está relacionada a três processos: efeito fotoelétrico, efeito Compton e produção de pares, os quais envolvem a ejeção de elétrons dos átomos. O coeficiente de atenuação é obtido pelo somatório desses três processos.

- *Efeito fotoelétrico*: transferência completa da energia do fóton incidente para um elétron atômico e sua ejeção do átomo. Os elétrons ejetados são chamados de fotoelétrons (ACOSTA, 2020). Como falta um elétron da

camada mais interna do átomo, outro elétron da camada mais externa sofre transição para a camada interna e emite um raios X com energias equivalentes à diferença entre as duas energias de ligação das camadas envolvidas (ALBUQUERQUE, 2014).

- *Efeito Compton*: enquanto o efeito fotoelétrico somente ocorre com os elétrons ligados ao átomo, o efeito Compton acontece com um elétron livre ou nas camadas de menor energia de ligação (ALBUQUERQUE, 2014).

- *Produção de pares*: esse processo geralmente ocorre com energias mais elevadas. O fóton com energia maior pode interagir com o núcleo do átomo e desaparecer, formando dois elétrons - um positivo, o pósitron, e outro negativo, o elétron (ALBUQUERQUE, 2014).

Segundo Acosta (2020), para blindagem de fontes radioativas emissoras de radiação gama, a intensidade pode ser atenuada aumentando-se a espessura da blindagem, mas não pode ser igual a zero. A Lei de Lambert-Beer (Equação 4.14) representa a diminuição da intensidade dos fótons quando atravessa um material atenuador.

$$I_x = I_0 \cdot e^{-\mu x} \quad (4.14)$$

Em que:

I_x : Intensidade do feixe emergente a uma profundidade x , medida pelo lado oposto à barreira, após a radiação penetrar em uma determinada espessura;

I_0 : Intensidade dos fótons incidentes no matéria sem atenuação;

e : Número neperiano;

μ : Coeficiente de atenuação linear, expressa em cm^{-1} ;

x : Espessura do material, expressa em cm.

Ao desenvolver a Equação 4.14, o coeficiente de atenuação linear é calculado de acordo com a Equação 4.15.

$$\mu = - \frac{\ln\left(\frac{I_x}{I_0}\right)}{x} \quad (4.15)$$

Além do coeficiente de atenuação linear, é possível obter o coeficiente de atenuação mássico ou coeficiente de atenuação de massa, que é calculado pela razão entre o coeficiente de atenuação linear e a massa específica do material.

De acordo com Tauhata *et al.* (2003), como a intensidade de um feixe de fótons não pode ser totalmente atenuada pela blindagem, utiliza-se um parâmetro experimental, denominado camada semirredutora, definido como a espessura de material que atenua à metade a intensidade do feixe de fótons. Esse parâmetro é calculado pela razão entre o $\ln 2$ e coeficiente de atenuação linear.

O ensaio de atenuação da radiação foi realizado no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) do Departamento de Engenharia Nuclear (DEN/UFMG). A Figura 4.22 apresenta o esquema de montagem do ensaio de atenuação da radiação.

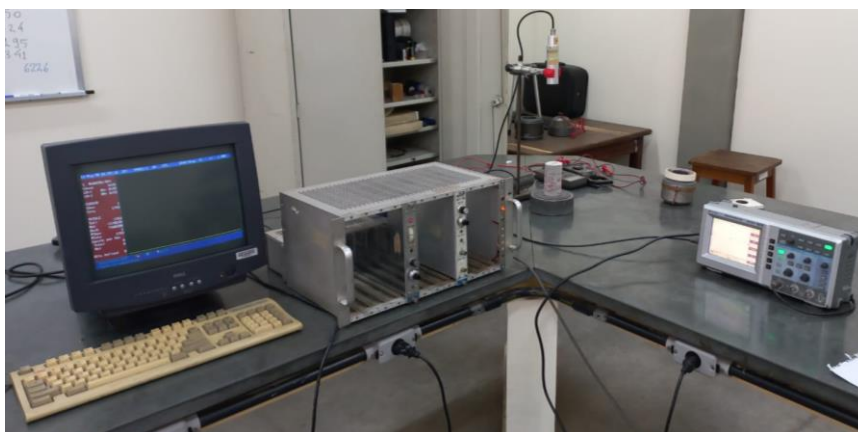


Figura 4.22 – Esquema de montagem para ensaio de atenuação da radiação
Fonte: Elaborado pelo autor

Nesse ensaio, utilizou-se o detector de radiação tipo Geiger Muller para medir radiação ionizante, marca Berthold, modelo D7547 Wildbad. Para que fosse possível mensurar a atenuação, foi utilizada uma fonte de ^{137}Cs , uma vez que esta possui maior atividade que as demais fontes disponíveis no laboratório. Além disso, foi necessário dispor de um sistema computacional para aquisição de dados e um amplificador de tensão de 1000V.

A geometria do ensaio baseou-se no posicionamento da fonte radioativa abaixo da amostra, cuja distância foi 0,5 cm. Para garantir o correto posicionamento da fonte

na base de chumbo, foi utilizada espuma ao redor dessa fonte, conforme Figura 4.23. A distância da fonte ao detector foi 33,5 cm. O tempo para cada medição foi configurado no sistema computacional para 20 s. A espessura de blindagem foi 10, 20 ou 30 cm, que corresponde à altura de um a três corpos de prova. Foram realizadas cinco leituras por amostra, totalizando 15 leituras por traço.



Figura 4.23 – Fonte radioativa envolvida pela espuma
Fonte: Elaborado pelo autor

Para efeito comparativo, foram realizadas medições em placas de chumbo, ferro e alumínio. Inicialmente, por meio de um micrômetro, foram mensuradas as espessuras das placas: chumbo (0,2 mm), ferro (1,3 mm) e alumínio (2 mm). A massa específica considerada foi obtida de Tauhata *et al.* (2003). Em seguida, foi escolhida a fonte de ^{241}Am para realizar o ensaio. Foram utilizadas duas bases de chumbo para evitar o escape da radiação, além de quatro tijolos de chumbo (Figura 4.24). O tempo de aquisição foi 50 s.



Figura 4.24 – Ensaio de atenuação da radiação em placas
Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, avaliou-se a atenuação da radiação dos compósitos cimentícios causada pela incorporação de diferentes teores de rejeitos de mineração de nióbio com elevada massa específica.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, apresentam-se os resultados de caracterização dos materiais, bem como a avaliação das propriedades das argamassas nos estados fresco e endurecido (análise físico-mecânicas e de durabilidade).

5.1. Caracterização dos materiais

A seguir são apresentadas as análises de caracterização química, mineralógica, física e radiológica dos rejeitos de mineração do nióbio.

5.1.1. Caracterização química e mineralógica

A caracterização química dos rejeitos (de concentrado de barita e ricos em magnetita/hematita) utilizados no programa experimental é apresentada na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Caracterização química dos rejeitos

Elemento / Óxido	Composição rejeito à base de barita (%)	Composição rejeito à base de magnetita (%)
Análise de composição de óxidos (FRX)		
BaO	77,24	1,08
Fe ₂ O ₃	2,13	91,83
TiO ₂	0,45	3,08
Nd ₂ O ₃	0,40	-
SiO ₂	0,39	0,20
Pr ₆ O ₁₁	<0,38	-
La ₂ O ₃	<0,34	-
Al ₂ O ₃	0,32	0,07
Nb ₂ O ₅	0,18	0,66
ThO ₂	0,11	-
MnO	0,05	-
U ₃ O ₈	0,05	-
CeO ₂	0,04	-
CaO	0,03	-
Ta ₂ O ₅	-	<0,10
PbO	-	0,04
Análise de composição química elementar (parcial)		
S	12,44	0,17
Fe	-	64,26
P	0,09	0,16

Fonte: Fornecedor

Observa-se que os rejeitos apresentam elevados teores de compostos a base de bário e ferro, para as amostras de concentrado de barita e ricas em hematita/magnetita, respectivamente. A composição mineralógica, verificada pelo DRX, é apresentada na Tabela 5.2, além das Figura 5.1 e 5.2.

Tabela 5.2 – Composição mineralógica do rejeito à base de barita e de magnetita/hematita

Mineral	Fórmula Química	Rejeito à base de barita	Rejeito à base de magnetita/hematita
		Composição estimada (%)	Composição estimada (%)
Barita	Ba(SO ₄)	95	4
Goethita	FeO(OH)	5	6
Anatásio	TiO ₂	pp	3
Hematita	Fe ₂ O ₃	-	57
Magnetita	Fe ₃ O ₄	-	28
Bariopirocloro	Ba _{0,5} HNb ₂ O ₆ H ₂ O	-	2
Quartzo	SiO ₂	-	pp

Nota:
pp: possível presença (teor inferior a 1%)

Fonte: Fornecedor

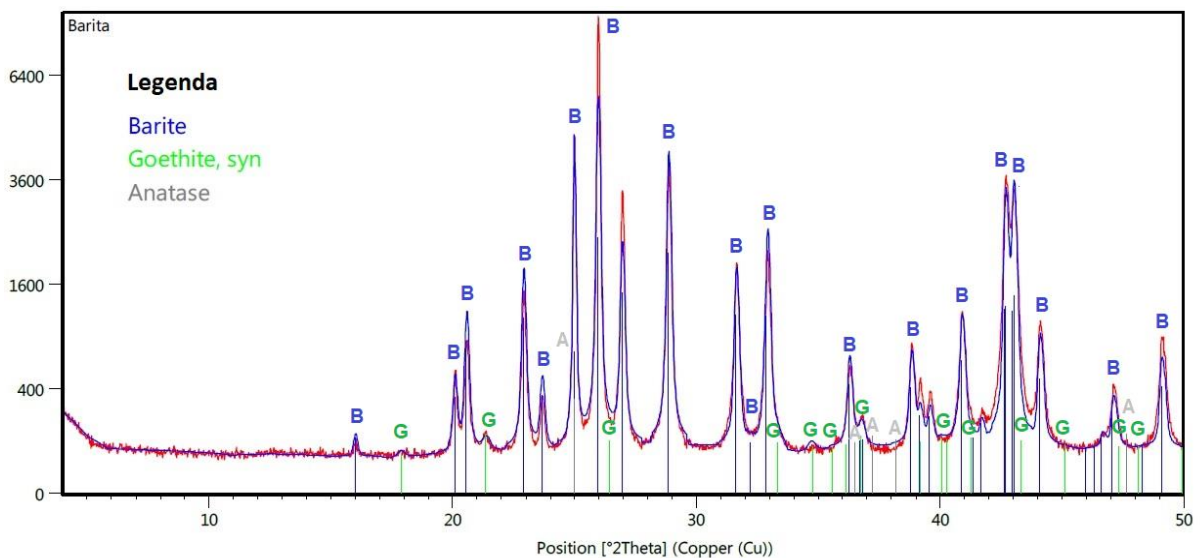


Figura 5.1 - Difratograma de raios-X do rejeito à base de barita

Fonte: Fornecedor

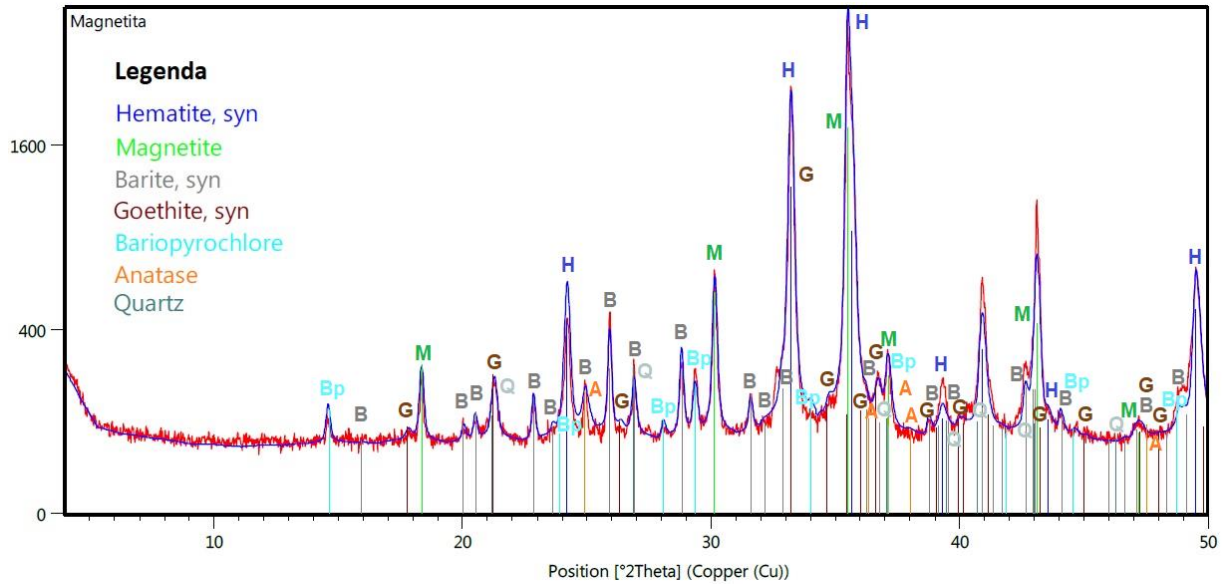


Figura 5.2 - Difratoograma de raios-X do rejeito à base de magnetita/hematita
Fonte: Fornecedor

Nota-se a predominância de picos relativos à barita e à magnetita e hematita nas respectivas amostra. Esses resultados condizem com a análise mineralógica apresentada pela caracterização química.

5.1.2. Granulometria e morfologia das partículas

O resultado da distribuição granulométrica dos rejeitos de mineração de nióbio utilizados na pesquisa, comparativamente aos agregados convencionais (pó de pedra e areia natural), é apresentado na Figura 5.3.

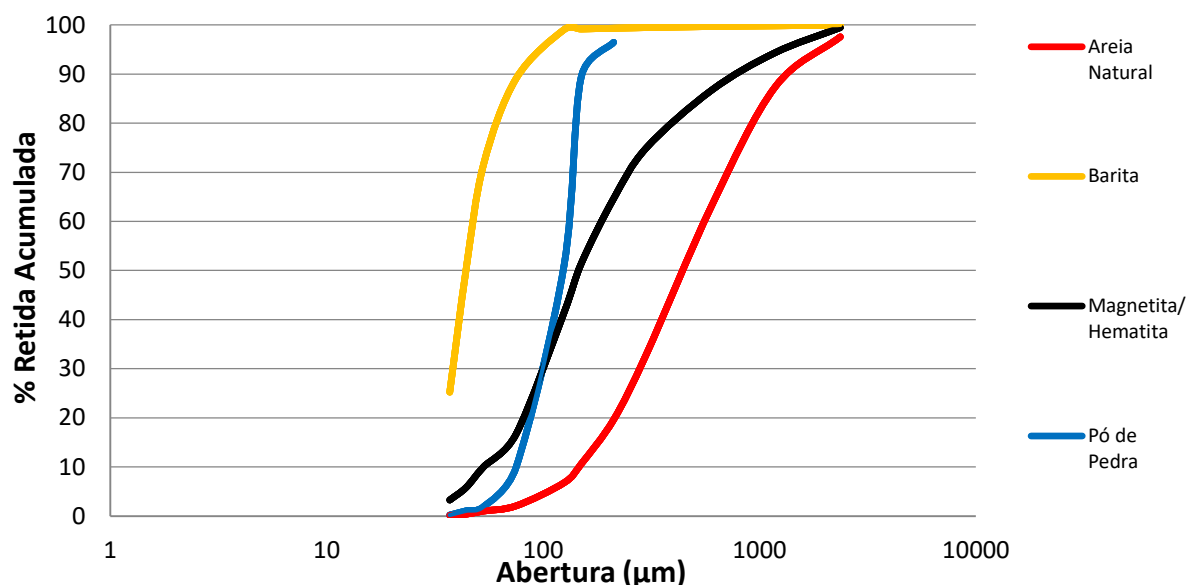


Figura 5.3 – Curva granulométrica dos materiais
Fonte: Elaborado pelo autor

Verifica-se que o rejeito à base de barita apresenta maior teor de finos e baixa variabilidade granulométrica. Já o rejeito à base de magnetita/hematita apresenta maior variabilidade granulométrica e faixa um pouco mais grossa. Esse resultado para o rejeito à base magnetita foi também observado similarmente por Lemos Junior (2012) e Lopes (2018). A variabilidade granulométrica entre os dois rejeitos estudados se deve pela diferença nos processos de beneficiamento do nióbio. Em geral, a separação magnética consegue separar partículas ricas em ferro (com tamanhos variados), enquanto o processo de flotação e deslamagem resulta na geração de partículas muito finas. Os resultados da análise granulométrica dos agregados e materiais de preenchimento utilizados estão apresentados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 – Resultados da análise granulométrica dos materiais

	D10 (mm)	D50 (mm)	D90 (mm)	DMA (mm)	MF
Pó de pedra	0,075	0,124	0,156	0,212	0,11
Barita	-	0,044	0,079	0,125	0,01
Areia natural	0,146	0,469	1,486	2,360	2,08
Magnetita/hematita	0,053	0,146	0,851	1,400	0,93

Nota:

DMA: Diâmetro Máximo do Agregado

MF: Módulo de Finura

Fonte: Elaborado pelo autor

As diferenças na granulometria e na morfologia das partículas podem ser notadas nas imagens obtidas por lupa digital ampliadas 75 vezes, conforme a Figura 5.4.

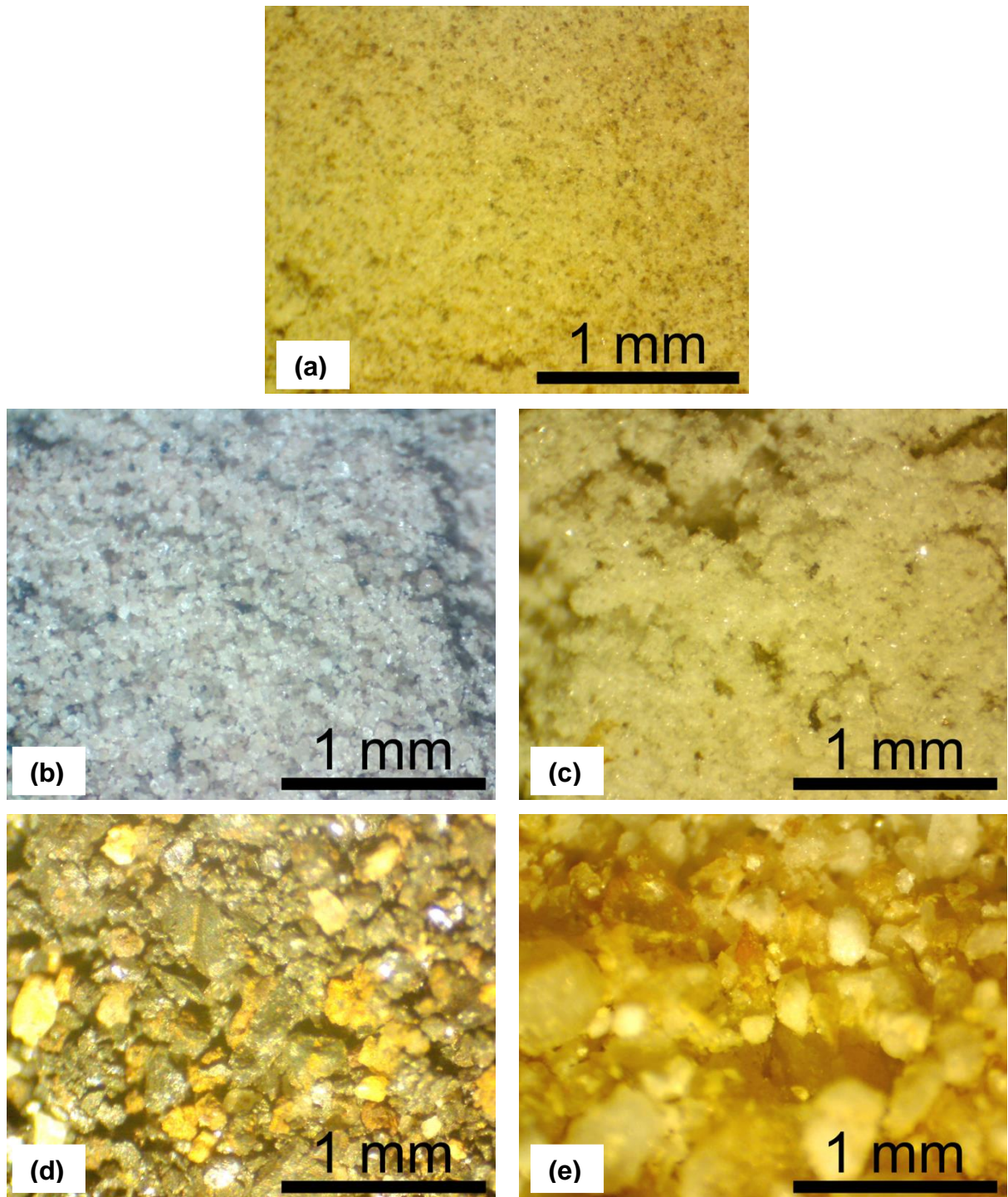


Figura 5.4 - Imagem dos grãos com lupa digital (a) cimento, (b) concentrado de barita, (c) pó de pedra, (d) concentrado de magnetita/hematita, (e) areia natural

Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que os grãos de cimento apresentam formatos arredondados e regulares. O rejeito à base de barita apresenta partículas muito finas, arredondadas e pouca diferença no diâmetro dos grãos, conforme destacado na curva de distribuição granulométrica (Figura 5.3). O pó de pedra apresenta partículas pequenas, pouca variação granulométrica e baixa angulosidade dos grãos (que pode explicar a aglutinação das partículas observadas na imagem). O rejeito à base de magnetita/hematita apresenta partículas mais grosseiras, alta variação granulométrica e formato lamelar. A areia natural apresenta uma maior variabilidade tamanho de partículas, com formas irregulares, lamelares e, em menor proporção, arredondadas.

5.1.3. Densidade das partículas

Os resultados da densidade dos rejeitos de mineração do nióbio, bem como dos materiais convencionais, estão apresentados na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Massa específica dos materiais

	Areia natural	Pó de pedra	Concentrado de barita	Concentrado de magnetita/hematita
Massa específica (g/cm³)	2,660	2,692	4,433	4,916

Fonte: Elaborado pelo autor

É possível notar que os rejeitos de concentrado de barita e concentrados de magnetita/hematita possuem densidades substancialmente superiores aos materiais convencionais (areia natural e pó de pedra).

5.1.4. Radiação emitida pelos materiais

O valor de dose do ambiente em local externo ao laboratório (*background*), onde foram realizadas as análises dos materiais, foi medido em 0,10 $\mu\text{Sv/h}$. A partir disso, foram medidos e calculados os valores da dose de radiação dos materiais utilizados na pesquisa, cujos resultados são apresentados na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 - Dose de radiação avaliada dos materiais utilizados na pesquisa

	Areia natural	Pó de pedra	Concentrado de barita	Concentrado de magnetita/hematita
Dose de radiação ($\mu\text{Sv/h}$)	0,15	<i>Background</i>	0,14	0,23

Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de se avaliar a dose de indivíduos ocupacionalmente expostos a materiais potencialmente radioativos, a NN 3.01 (CNEN, 2005) estabelece a dose efetiva (corpo inteiro) de 20 mSv/ano, considerando a média aritmética de 5 anos consecutivos, desde que não exceda a 50 mSv em qualquer ano. Assim, ao analisar a pior situação, isto é, o maior valor de dose (concentrado de magnetita/hematita), observa-se que 0,00023 mSv/h é aproximadamente 10 vezes inferior ao valor máximo estabelecido pela norma (0,002283 mSv/h). Como comparação, o valor da dose do ambiente interno do laboratório (*background*), foi medido em 0,19 $\mu\text{Sv/h}$ (ou 0,00019 mSv/h). De forma complementar, analisou-se a taxa de radiação emitida pela área superficial dos materiais, conforme valores apresentados na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Radiação emitida pela área superficial dos materiais

	Areia natural	Pó de pedra	Concentrado de barita	Concentrado de magnetita/hematita
Taa de radiação (cps)	1	1	3	3

Fonte: Elaborado pelo autor

Para se obter um parâmetro, foi monitorada a radiação emitida pela área superficial de pedras portuguesas localizadas na área externa ao Laboratório de Caracterização de Materiais de Construção Civil e Mecânica. Em média, essas pedras também emitiram valores de 3 cps.

Portanto, é válido afirmar que os rejeitos de mineração de nióbio à base de barita e de magnetita/hematita utilizados nessa pesquisa estão dentro do limite aceitável de radiação para utilização.

5.2. Análise teórica do empacotamento de partículas

Os resultados apresentados na análise teórica do empacotamento de partículas dos compósitos cimentícios foram desenvolvidos em conjunto com Alves (2022). A Figura 5.5 apresenta uma comparação teórica do ajuste entre as curvas ideais de

empacotamento (em vermelho) e as curvas resultantes dos traços dos compósitos com e sem rejeitos (em azul).

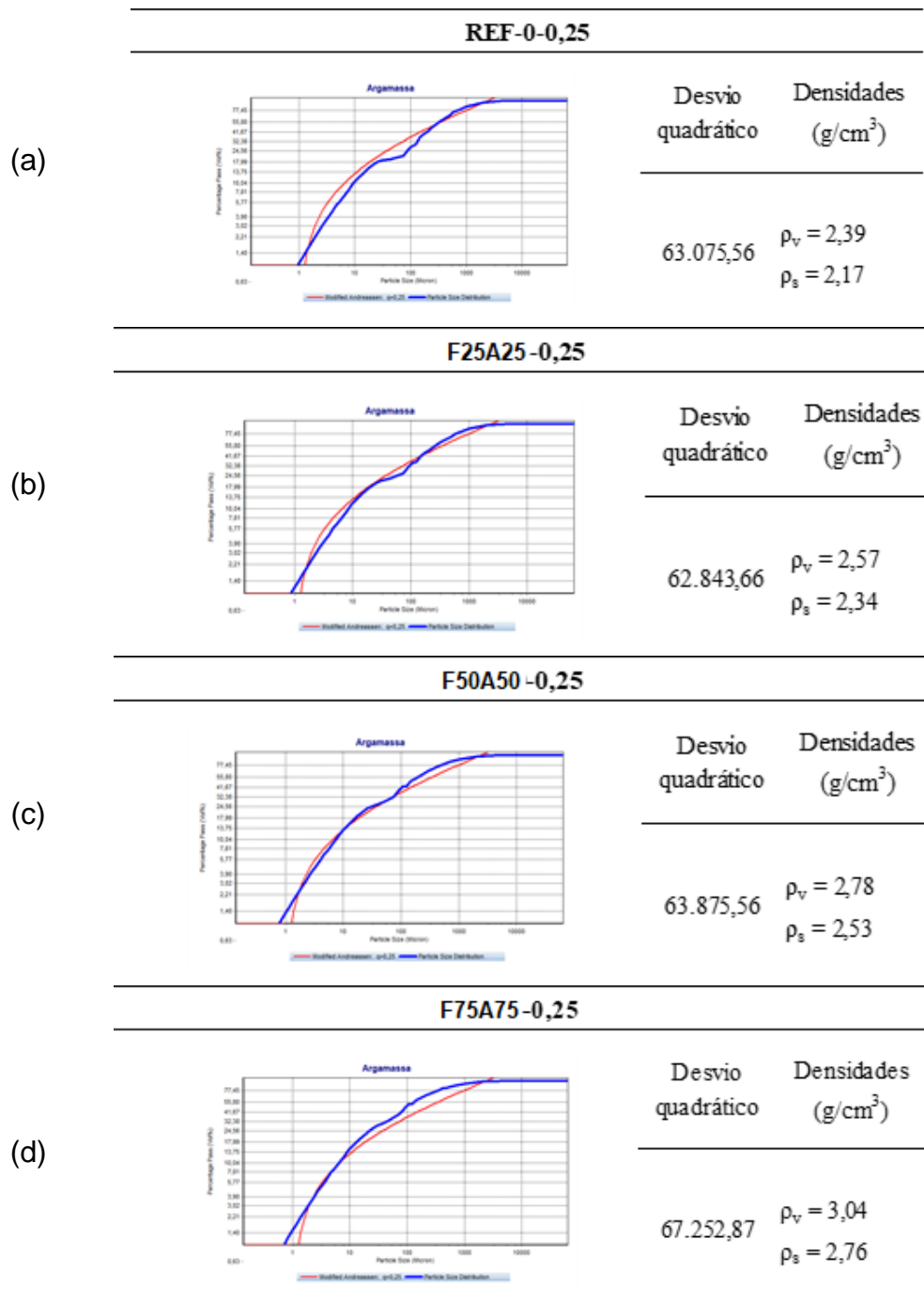


Figura 5.5 - Resultados da análise teórica do empacotamento de partículas para os traços (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50 e (d) F75A75

Fonte: Adaptado de Alves (2022)

As curvas resultantes que melhor se ajustaram foram relativas ao coeficiente de distribuição (q) igual a 0,25, avaliada por meio do desvio quadrático, ou seja, o valor

$q=0,25$ foi o que obteve a melhor densidade de empacotamento. Segundo Castro e Pandolfelli (2009), valores de q menores que 0,30 resultam em misturas com boa fluidez, favorecendo a produção de materiais bem compactados. De forma geral, verificou-se um excesso de partículas finas na mistura, evidenciado pelo distanciamento entre as curvas no intervalo correspondente às peneiras de 10 a 1.000 μm de abertura. A Tabela 5.7 resume os valores de desvio quadrático e densidades (estados fresco e endurecido) dos diferentes traços analisados (para $q=0,25$).

Tabela 5.7 - Desvios quadráticos e densidades das misturas ($q=0,25$)

Mistura teórica	Desvio quadrático	Densidade (g/cm^3)	
		Estado fresco	Estado endurecido
REF	63.075,56	2,39	2,17
F25A25	62.843,66	2,57	2,34
F50A50	63.875,56	2,78	2,53
F75A75	67.252,87	3,04	2,76

Fonte: Alves (2022)

Em comparação ao traço de referência, foi percebido um aumento na densidade de todas as misturas com o aumento da proporção de substituição dos agregados naturais pelos rejeitos, tanto no estado fresco, como no estado endurecido. O traço F75A75 apresentou aumento de 27% nos valores das densidades. Assim, por correlação, argamassas produzidas com 75% de substituição dos agregados naturais pelos rejeitos ricos em barita e hematita poderiam ser classificadas como pesadas no estado fresco e como normais no estado endurecido (ABNT, 2015e). O traço teórico F25A25 apresentou a mais alta densidade de empacotamento, superior ao traço de referência. O valor do coeficiente de distribuição q (0,25) aponta para um maior teor de materiais finos na mistura, o que poderia resultar em boas fluidez e compacidade de argamassas produzidas de acordo com esse traço. Embora esse traço tenha apresentado o melhor ajuste à curva ideal de empacotamento, os traços teóricos com 0% e 50% de substituição dos agregados naturais e coeficiente $q=0,25$ apresentaram desvios quadráticos muito próximos, o que poderia indicar uma melhor otimização do aproveitamento dos rejeitos em teores maiores de substituição (até 50%).

5.3. Propriedades no estado fresco

As propriedades no estado fresco das argamassas foram avaliadas a partir do índice de consistência, massa específica e teor de ar incorporado.

O ensaio de *Flow Table* para determinação do índice de consistência foi utilizado nos ensaios preliminares para definição da composição dos traços das argamassas. Dessa forma, buscou-se valores compreendidos na de faixa 165 ± 10 mm para argamassas plásticas, conforme definido por Tortolani (2008).

A fim de maximizar o uso de agregados na matriz cimentícia sem perda significativa da consistência e com consumo de cimento adequado, foi definido o traço da argamassa de referência em 1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 (cimento : pó de pedra : areia natural : água). Assim, foram testados cinco teores de aditivo superplastificante (1%, 2%, 3%, 4% e 5%), a partir da recomendação do fabricante, conforme a Tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Testes de consistência com diferentes teores de aditivo

Traço (em massa) cimento : pó de brita : areia : a/c : aditivo	Medida 1 (mm)	Medida 2 (mm)	Medida 3 (mm)	Média (mm)	Desvio Padrão (mm)
1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 : 0,01			Sem coesão		
1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 : 0,02			Sem coesão		
1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 : 0,03			Sem coesão		
1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 : 0,04	153	154	153	153	0,5
1 : 0,5 : 3,0 : 0,5 : 0,05	164	165	165	165	0,5

Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, foi observado que o teor de 5% de aditivo seria viável, especialmente quando os rejeitos de mineração de nióbio fossem incorporados na mistura. Isso porque a substituição de elevados teores dos materiais convencionais (mais grossos) pelos rejeitos (mais finos) poderia levar à redução significativa da consistência. Cabe lembrar que o pó de pedra foi substituído pelo concentrado de barita, enquanto a areia natural foi substituída pelo concentrado de magnetita/hematita, ambos nos teores de 25%, 50% e 75% (em volume). A Tabela 5.9 apresenta os resultados de índice de consistência das argamassas utilizadas no estudo.

Tabela 5.9 - Testes finais de consistência

Traço	Medida 1 (mm)	Medida 2 (mm)	Medida 3 (mm)	Média (mm)	Desvio Padrão (mm)
REF	163	165	165	164	1,0
F25A25	168	169	169	169	0,5
F50A50	169	170	169	169	0,5
F75A75	163	158	162	161	2,2

Fonte: Elaborado pelo autor

Portanto, observa-se que todas as argamassas atingiram uma consistência plástica, conforme previamente estabelecido. Teores de 25% e 50% de substituição indicaram um ligeiro aumento na consistência. No entanto, o traço F75A75 (75% de rejeitos) apresentou redução do valor de consistência, possivelmente em função do elevado teor de finos. É provável que os traços F25A25 e F50A50 (com maior teor de finos comparados ao traço referência) tiveram melhor interação com o aditivo superplastificante, o qual propiciou uma adequada lubrificação dos grãos e, conseqüentemente, maior consistência e melhor trabalhabilidade. A Figura 5.6 apresenta o espalhamento das argamassas estudadas por meio do teste de *Flow Table*.



Figura 5.6 – Espalhamento no teste de *Flow Table* da argamassa (a) REF , (b) F25A25 , (c) F50A50 e (d) F75A75

Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, nota-se que a influência dos rejeitos na consistência das argamassas depende do teor e da característica desses materiais (como finura e morfologia), além da sua interação com a solução aquosa modificada pelo aditivo superplastificante. Entretanto, todas as misturas estudadas apresentaram satisfatória

coesão no estado fresco. A Figura 5.7 apresenta os resultados de densidade e teor de ar incorporado nas argamassas no estado fresco.

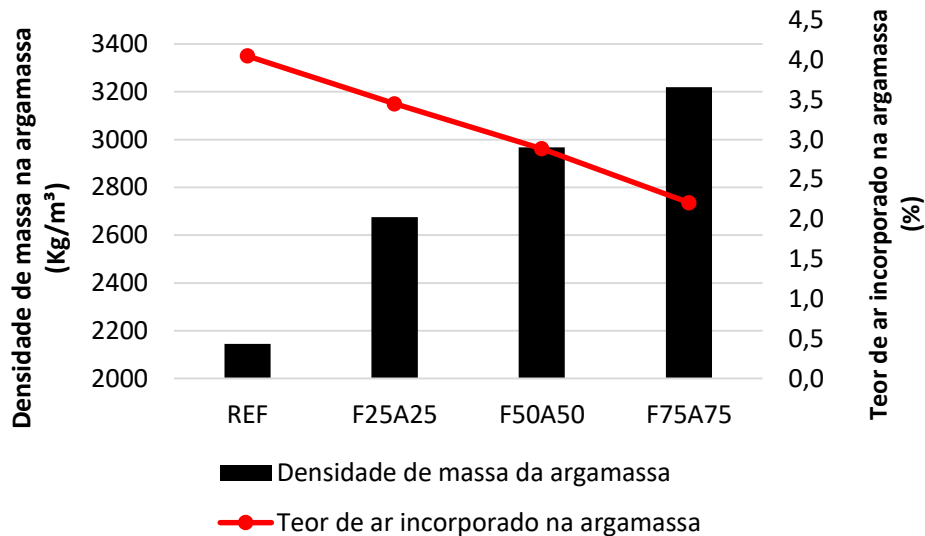


Figura 5.7 - Densidade e teor de ar das argamassas no estado fresco
Fonte: Elaborado pelo autor

Devido à elevada massa específica dos rejeitos em relação aos agregados convencionais, nota-se que a densidade sofre aumento à medida que se eleva o teor de substituição. Em contrapartida, o teor de ar incorporado é reduzido ao se incrementar rejeitos na mistura, uma vez que a quantidade de partículas finas é aumentada. O aumento da área superficial demanda mais água para lubrificação de toda a superfície dos grãos. Conseqüentemente, ao envolver toda a partícula, a água proporciona distanciamento entre os grãos, proporcionando menor teor de ar incorporado (ROMANO, 2013). Além disso, o teor de ar na argamassa tende a reduzir à medida que se aumenta o tempo de mistura, conforme apresentado na análise de correlação linear da Figura 5.8.

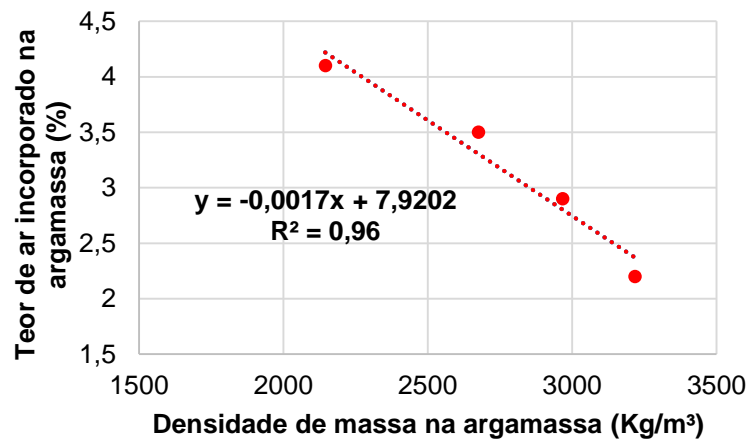


Figura 5.8 - Correlação linear entre teor de ar e densidade de massa na argamassa
Fonte: Elaborado pelo autor

Obteve-se uma forte correlação ($R^2=0,96$) entre o teor de ar e a densidade de massa na argamassa. O aumento da densidade de massa e a redução do teor de na argamassa estão relacionados aos movimentos diferenciais produzidos pelo cisalhamento entre as partículas. Por tal motivo, as bolhas de ar se subdividem em bolhas menores, as quais são instáveis termodinamicamente, pois a pressão interna torna-se maior (ANTONIAZZI *et al.*, 2020). Salienta-se que todos os testes foram realizados imediatamente após a mistura das argamassas.

5.4. Propriedades físico-mecânicas

Neste item são apresentados os resultados das propriedades físico-mecânicas dos traços de argamassa REF, F25A25, F50A50 e F75A75.

5.4.1. Resistência à compressão

A resistência à compressão aos 7 e aos 28 dias é apresentada na Figura 5.9.

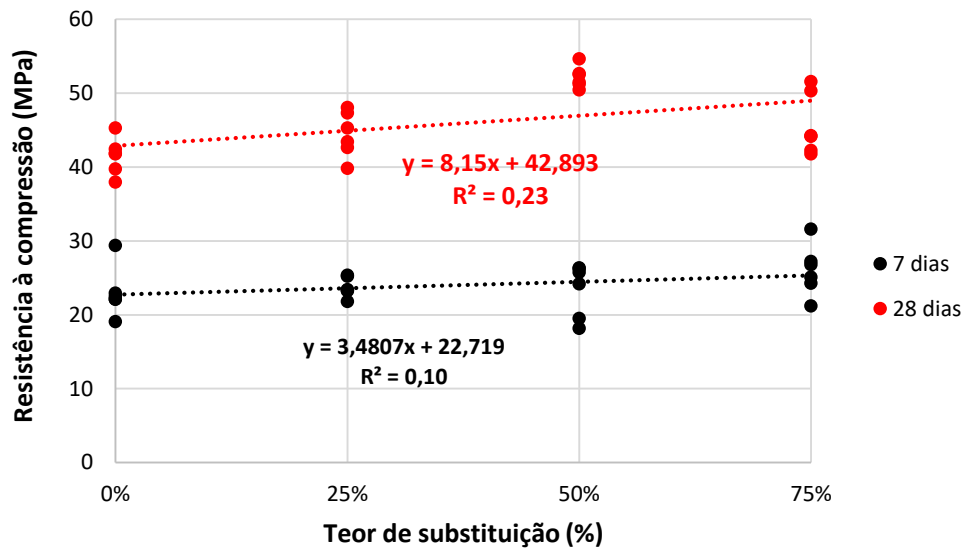


Figura 5.9 - Resistência à compressão das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de se verificar a similaridade das amostras aos 7 e aos 28 dias, realizou-se a análise de variância para cada grupo de médias, considerando nível de significância de 5%, conforme as Tabelas 5.10 e 5.11.

Tabela 5.10 - ANOVA para resistência à compressão aos 7 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	33,499	3	11,166	1,16	0,349	3,10	Não significativa
Erro	192,178	20	9,609				
Total	225,677	23					

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5.11 - ANOVA para resistência à compressão aos 28 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	363,641	3	121,214	13,68	4,42 E-05	3,10	Significativa
Erro	177,196	20	8,860				
Total	540,838	23					

Fonte: Elaborado pelo autor

Aos 7 dias, para um nível de significância α de 5%, pela análise de variância (ANOVA) apresentada na Tabela 5.10, observa-se que não houve diferença

significativa. Isso significa que a substituição dos materiais de referência por rejeitos não exerce significativa influência na resistência à compressão aos 7 dias.

Em relação aos 28 dias, para um nível de significância de 5% (Tabela 5.11), nota-se que os traços estudados apresentaram diferença significativa, pois, como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se a hipótese nula H_0 , onde as quatro amostras analisadas seriam idênticas. Nesse caso, realizou-se o teste Tukey (T) para verificar qual par de médias poderiam ser consideradas significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.12.

Tabela 5.12 – Resultados do Teste Tukey para resistência à compressão aos 28 dias

REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Não significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, constata-se que apenas as amostras F25A25 e F75A75 não são estatisticamente diferentes, evidenciando que a substituição em qualquer teor até 75% de materiais convencionais pelos rejeitos exerce influência positiva na resistência à compressão aos 28 dias. Além disso, os resultados indicam que possa existir um teor ótimo de incorporação dos rejeitos de mineração de nióbio em torno de 50%. Isso porque amostras com teores abaixo (cerca de 25%) e acima (cerca de 75%) desse valor ótimo apresentam resultados de resistência à compressão estatisticamente similares. Cabe destacar que a incorporação de rejeitos pode aumentar em até 25% a resistência à compressão aos 28 dias.

A literatura apresentada verificou que, de forma geral, a substituição dos materiais de referência pela barita e pela magnetita provocou redução da resistência à compressão. Porém, diferentemente deste estudo, a análise contida no portfólio bibliográfico (Tabela 3.6) se referiu, separadamente, a cada mineral. Alguns estudos notaram melhor desempenho em traços com magnetita, seguidos da amostra de referência e, por último, traços com barita (HORSZCZARUK *et al.*, 2017; HORSZCZARUK; BRZOZOWSKI, 2019).

Esses resultados podem ter relação com um melhor empacotamento das partículas (preenchimento dos vazios), uma vez que reduz os poros da matriz cimentícia. Em função desse melhor empacotamento, pode ter havido maior formação de compostos hidratados do cimento (nucleação), os quais proporcionam ganho de resistência mecânica.

Outro fator que pode ter contribuído com o melhor desempenho dos traços com rejeitos foi o formato bastante arredondado das partículas de barita, que auxilia no deslizamento entre os grãos da matriz e, conseqüentemente, melhor empacotamento dos grãos.

5.4.2. Resistência à tração na flexão

Os resultados de resistência à tração na flexão aos 7 e 28 dias são apresentados na Figura 5.10.

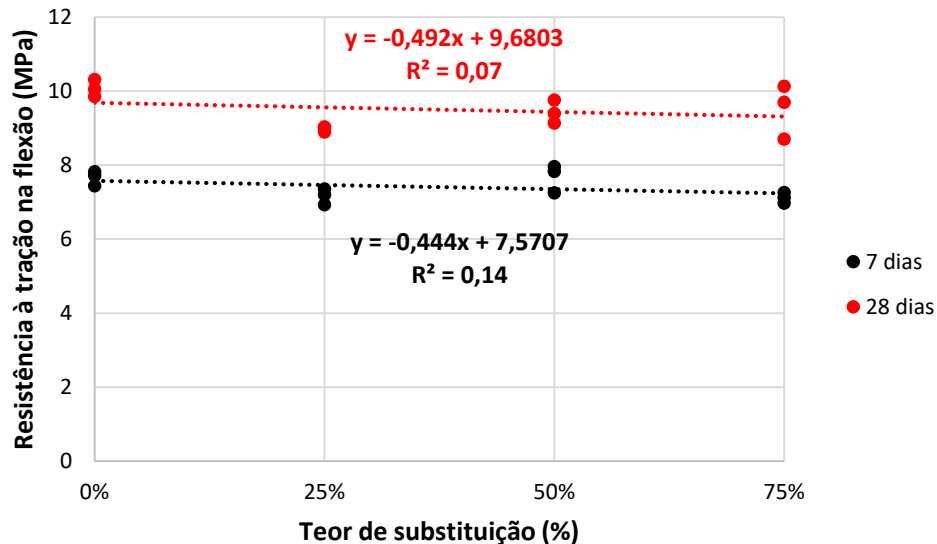


Figura 5.10 - Resistência à tração na flexão
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de verificar a similaridade das amostras aos 7 e 28 dias, realizou-se a análise de variância para cada grupo de médias, considerando nível de significância de 5%, conforme as Tabelas 5.13 e 5.14.

Tabela 5.13 - ANOVA para resistência à tração na flexão aos 7 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	1,813	3	0,604	3,47	0,070988	4,07	Não Significativa
Erro	1,395	8	0,174				
Total	3,207	11					

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5.14 - ANOVA para resistência à tração na flexão aos 28 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	0,851	3	0,284	4,58	0,037933	4,07	Significativa
Erro	0,496	8	0,062				
Total	1,347	11					

Fonte: Elaborado pelo autor

Aos 7 dias não houve diferença significativa, pois, como o valor de F é menor que o valor de F crítico. Assim é possível considerar a hipótese nula, onde as médias das resistências dos quatro traços estudados são estatisticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Portanto, nenhuma interferência nesta análise foi observada pela incorporação dos rejeitos.

Aos 28 dias, como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se H_0 , constatando-se que as médias das resistências à compressão são estaticamente diferentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.15.

Tabela 5.15 – Resultados do Teste Tukey para resistência à tração na flexão aos 28 dias

REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
Significativa	Não Significativa	Significativa	Significativa	Não Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que não houve influência nas análises par a par das amostras REF e F50A50 e F25A25 e F75A75. Isso pode indicar que o uso de rejeitos em torno de 50% apresenta uma resistência à tração similar à resistência da mistura de

referência. Teores diferentes desse valor podem levar a uma ligeira redução nessa propriedade aos 28 dias.

De acordo com o portfólio bibliográfico apresentado (Tabela 3.6), a resistência à tração foi inferior à amostra de referência quando utilizada a barita e superior quando usada a magnetita. Segundo Ahmad *et al.* (2019), a barita, por ser um material friável, deixa bastante pó ao redor dos agregados, provocando redução da aderência da matriz cimentícia e, conseqüentemente, perda de resistência à tração. Esse fator pode ter contribuído para a redução do desempenho das amostras com rejeitos. Destaca-se também que o traço F50A50 obteve melhor desempenho dentre as amostras com rejeitos e valores bem próximos à amostra de referência. Isso pode ter ocorrido em função do melhor empacotamento das partículas, garantindo maior aderência aos grãos. Cabe, ainda, salientar o comportamento similar das amostras nas duas idades, indicando certa tendência dos resultados obtidos.

5.4.3. Módulo de elasticidade dinâmico

Os resultados referentes ao módulo de elasticidade dinâmico aos 7, 28 e 63 são apresentados na Figura 5.11.

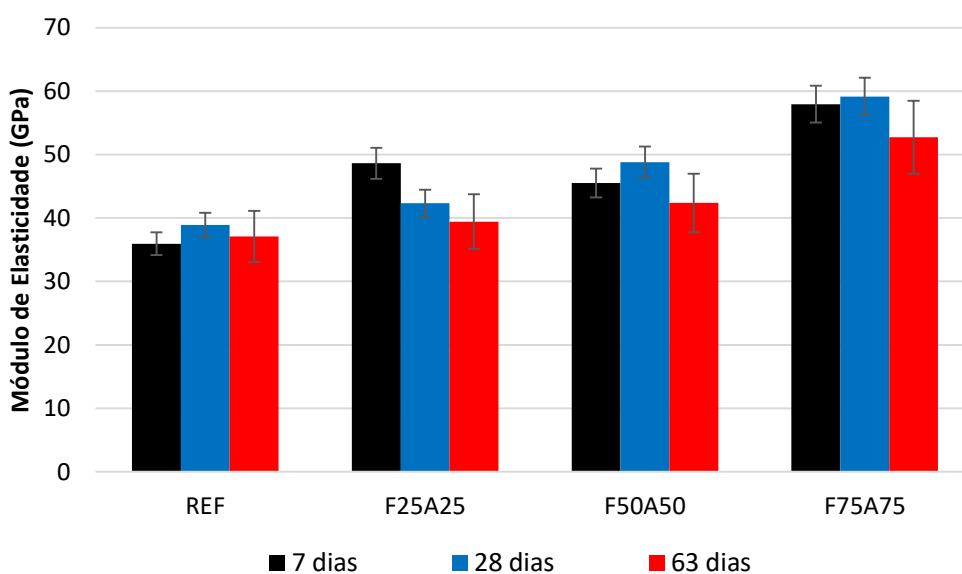


Figura 5.11 - Módulo de Elasticidade dinâmico das matrizes cimentícias
Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que houve aumento nos valores médios do módulo de elasticidade à medida que foi incorporado maior teor de rejeitos. De acordo com Lee *et al.* (2015), maior massa específica do material poderá gerar maior velocidade de propagação da onda. Além disso, a elevação do módulo de elasticidade está relacionada ao incremento do teor de óxido de ferro, o qual, sabidamente, possui módulo de elasticidade superior às matrizes cimentícias. Em relação ao tempo de cura, esperava-se aumento do valor ao longo do tempo. Porém, é possível que a saturação das amostras tenha influenciado neste parâmetro.

A fim de se verificar a similaridade das amostras, realizou-se a análise de variância para cada grupo de médias, considerando nível de significância de 5%. Como houve diferença significativa, foi realizado o teste Tukey, conforme a Tabela 5.16.

Tabela 5.16 - Resultados do Teste Tukey para módulo de elasticidade dinâmico

Idade (dias)	REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
7	Significativa	Significativa	Significativa	Não significativa	Significativa	Significativa
28	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
63	Não significativa	Significativa	Significativa	Não significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Pelos resultados obtidos, é possível notar um comportamento muito próximo entre as amostras REF e F25A25, bem como F25A25 e F50A50. Dessa forma, de maneira indireta, é possível inferir que as amostras REF e F50A50 podem apresentar alguma tendência de similaridade, mesmo que a análise estatística par a par não identifique tal resultado. Essa consideração vai ao encontro dos efeitos observados para as duas amostras na resistência à compressão e tração na flexão.

Por meio da análise individual em cada idade, nota-se que o traço F75A75 apresenta variação maior em relação às demais argamassas. Analisando-se de forma geral, é possível observar a predominância de resultados significativos, os quais correspondem à influência exercida pela substituição por rejeitos no módulo de elasticidade.

A Figura 5.12 apresenta as análises de correlação entre a resistência à compressão e o módulo de elasticidade.

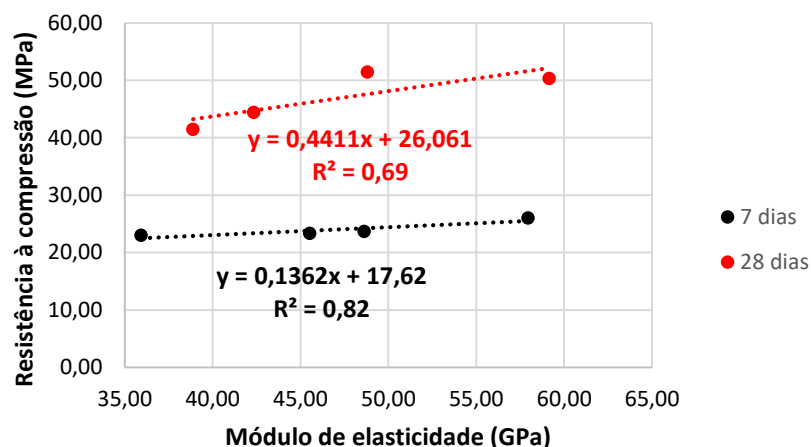


Figura 5.12 - Correlação da resistência à compressão e do Módulo de elasticidade aos 7 e aos 28 dias

Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que há correlação forte ($R^2= 0,82$) aos 7 dias e correlação moderada ($R^2=0,68$) aos 28 dias, indicando que o aumento da resistência à compressão resulta em maior rigidez do material, dada pela elevação do módulo de elasticidade.

5.4.4. Massa específica

A Figura 5.13 apresenta os resultados de massa específica aparente seca aos 28 dias, obtidos pela relação da massa seca pelo volume do corpo de prova. Na imagem, também foram indicados os valores de massa específica para concretos densos ou pesados, conforme as referências normativas NBR 8953 (ABNT, 2015a) e EN 206 (BSI, 2013).

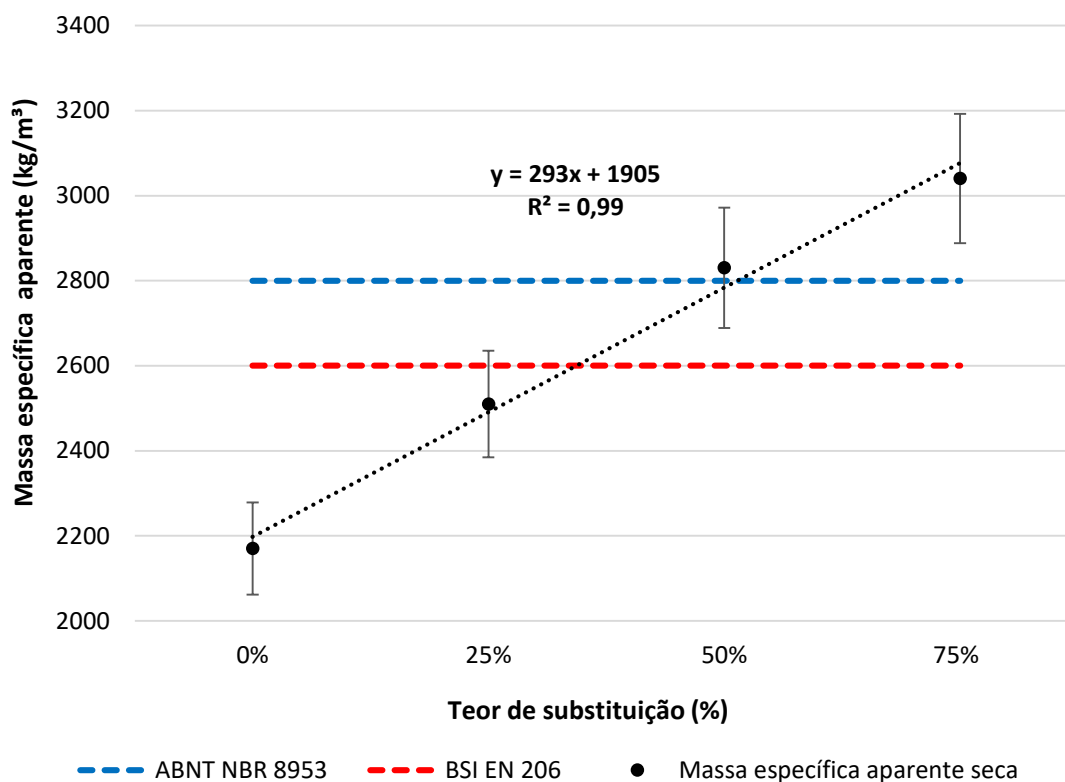


Figura 5.13 - Massa específica aparente das argamassas aos 28 dias. Linhas coloridas tracejadas indicam os limites de compostos cimentícios pesados em diferentes normas técnicas

Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de se avaliar a consistência dos resultados da massa específica aparente, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme a Tabela 5.17.

Tabela 5.17 - ANOVA para massa específica aparente

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	1,281	3	0,42691	2733,91	2,22 E-12	4,07	Significativa
Erro	0,001	8	0,00016				
Total	1,282	11					

Fonte: Elaborado pelo autor

Como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se H_0 , ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.18.

Tabela 5.18 - Resultados do Teste Tukey para massa específica aparente

REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

É possível notar que em todos os testes houve diferença significativa, a qual indica que a substituição de materiais convencionais por rejeitos, em qualquer teor analisado, exerce influência na massa específica aparente. Isso é comprovado pela forte correlação ($R^2=0,99$) entre o traço e a massa específica (Figura 5.13).

Nota-se que, dentre as amostras com rejeitos, apenas o traço F25A25 não é considerado concreto pesado, tanto na referência normativa brasileira, quanto na referência europeia. Cabe ressaltar também que as amostras analisadas foram de argamassas (sem a presença de agregados graúdos), enquanto as normas de referência tratam de concretos. A matriz cimentícia é usualmente mais porosa e de menor densidade comparativamente a agregados minerais que, na presença de frações graúdas, podem elevar a massa específica do compósito.

A fim de melhor análise dessa propriedade, a Figura 5.14 apresenta as massas específicas das argamassas do tipo seca, saturada e real, obtidas pelo ensaio de absorção de água por imersão.

Observou-se que a idade de cura provocou aumento da massa específica seca e da massa específica saturada em todos os traços. Apesar dos valores de desvio padrão serem relativamente altos, verificou-se que houve diferença em todas as análises de variância, a um nível de 5%.

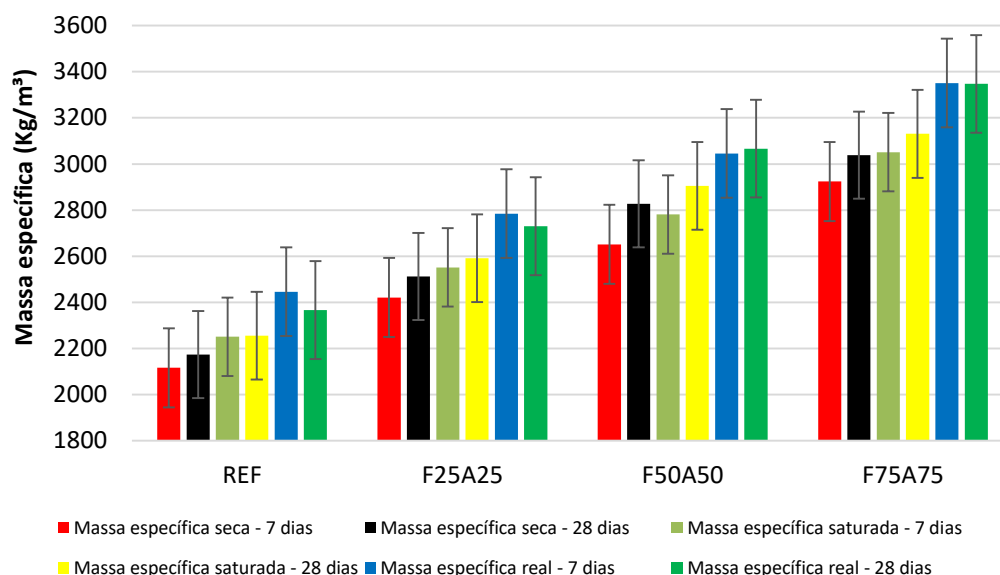


Figura 5.14 - Massa específica seca, saturada e real pelo método de absorção de água por imersão

Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, realizou-se o teste Tukey para avaliar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme Tabela 5.19.

Tabela 5.19 - Resultados do Teste Tukey para massa específica seca, saturada e real

Idade (dias)	Tipo	REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
7	Seca	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
7	Sat.	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
7	Real	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Seca	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Sat.	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Real	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Como houve diferença significativa em todos os testes, tal resultado indica que a substituição de materiais convencionais por rejeitos exerce influência na massa específica seca, saturada e real. Com base nas normas técnicas, NBR 8953 (ABNT, 2015a) e EN 206 (BSI, 2013), os compósitos podem ser classificados como pesados nos teores de substituição de 25% (apenas referência europeia), 50% e 75%. A Figura 5.15 apresenta as massas específicas obtidas teórica e experimentalmente para os estados fresco e endurecido.

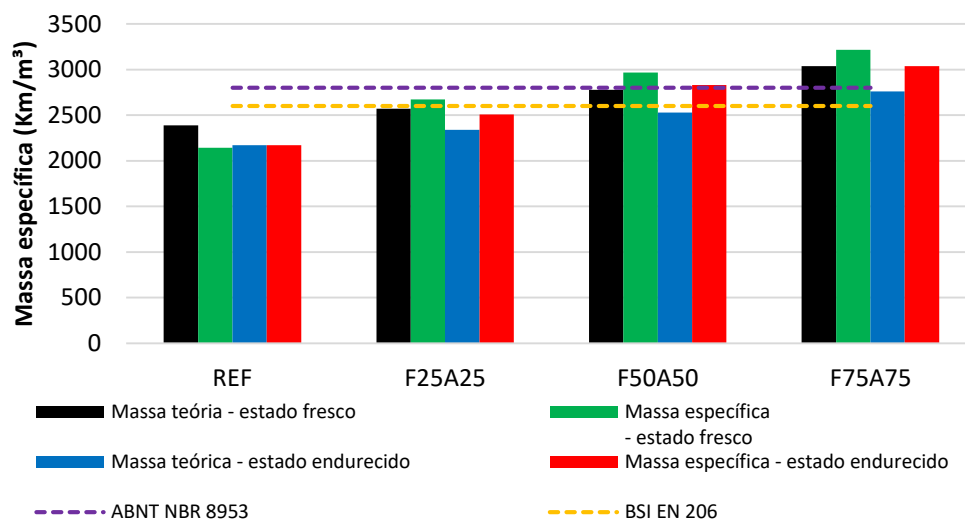


Figura 5.15 - Massas específicas teóricas e experimentais nos estados fresco e endurecido
Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se ligeiras diferenças nos valores teóricos e experimentais, principalmente nas amostras com rejeitos. Nessas amostras, observa-se tendência de aumento ao comparar dos valores teóricos para os valores obtidos experimentalmente.

5.4.5. Absorção de água e índice de vazios

A Figura 5.16 apresenta os resultados de absorção de água por imersão e índice de vazios aos 7 e 28 dias.

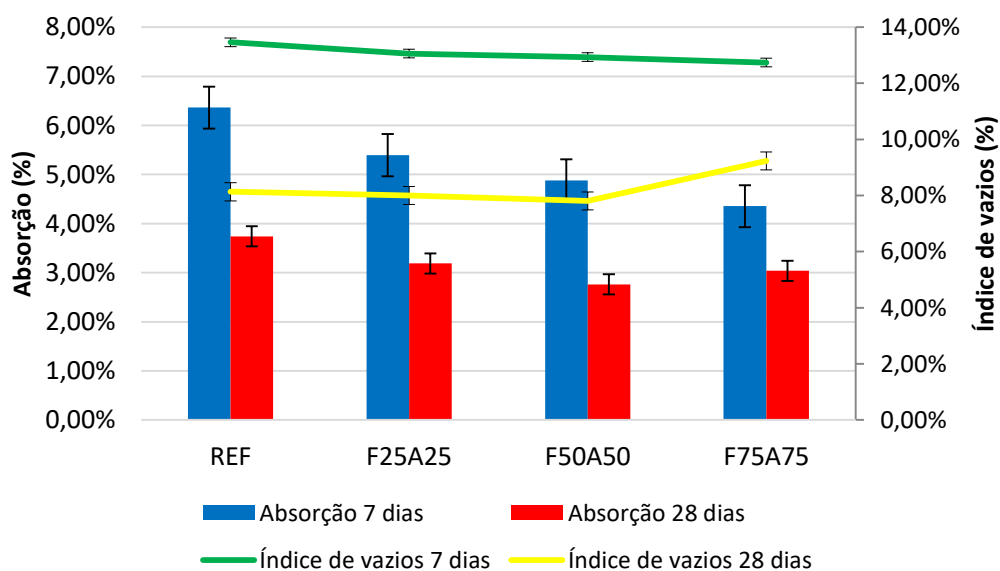


Figura 5.16 - Absorção de água e índice de vazios das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

Ao constatar que houve diferença significativa na ANOVA para a absorção de água, com nível de significância de 5%, realizou-se o teste Tukey, de acordo com a Tabela 5.20, a fim de verificar quais as amostras foram significativamente diferentes.

Tabela 5.20 - Resultados do Teste Tukey para a absorção de água

Idade (dias)	REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
7	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, é possível notar que em todos os testes houve diferença significativa, a qual indica que a substituição de materiais convencionais por rejeitos exerce influência na absorção de água em teores até 75%. Aos 7 dias, é possível notar redução da absorção de água ao se elevar o teor de rejeitos, Apenas aos 28 dias houve uma redução mais expressiva no traço F50A50. Nessas idade, a matriz cimentícia não está completamente hidratada e, por isso, o índice de vazios foi superior aos 28 dias. À medida que a idade avança (aos 28 dias nesse caso), a microestrutura é modificada. Nesse contexto, é possível que altos teores de rejeitos, como o traço F75A75, possam prejudicar a precipitação dos produtos de hidratação e, conseqüentemente, alcancem maior índice de vazios. A Figura 5.17 apresenta a correlação entre o índice de vazios e absorção.

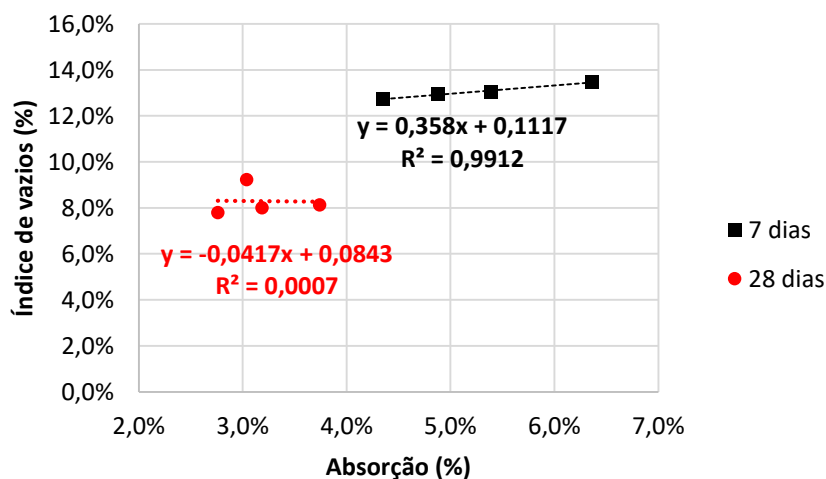


Figura 5.17 - Correlação Índice de vazios e Absorção aos 7 dias e aos 28 dias
Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se correlação muito forte ($R^2=0,99$) aos 7 dias e correlação muito fraca ($R^2=0,0007$) aos 28 dias. Assim, de maneira geral, verifica-se redução da porosidade em função do aumento do teor de rejeitos (com exceção do traço F75A75 aos 28 dias) devido ao melhor empacotamento das partículas, conforme estudo teórico apresentado na Tabela 5.7. Esse teor parece ter um valor ótimo em torno de 50% de substituição. Além desse comparativo, a Figura 5.18 apresenta a correlação da resistência à compressão e do índice de vazios.

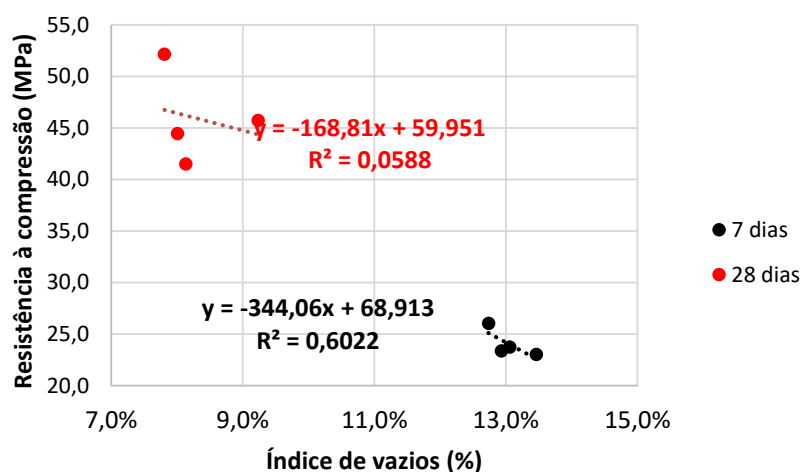


Figura 5.18 - Correlação Resistência à compressão e Índice de vazios aos 7 e aos 28 dias
Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se correlação forte ($R^2=0,60$) aos 7 dias e correlação muito fraca ($R^2=0,05$) aos 28 dias. Embora não haja correlação muito forte em ambas as idades, nota-se redução da resistência à compressão à medida que há aumento do índice de vazios.

Ao constatar que houve diferença significativa na ANOVA para o índice de vazios, realizou-se o Teste Tukey, de acordo com a Tabela 5.21, a fim de verificar quais as amostras foram significativamente diferentes.

Tabela 5.21 – Resultados do Teste Tukey para o índice de vazios

Idade (dias)	REF e	REF e	REF e	F25A25 e	F25A25 e	F50A50 e
	F25A25	F50A50	F75A75	F50A50	F75A75	F75A75
7	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

A Tabela 5.21 demonstra que em todos os testes houve diferença significativa, indicando que a substituição de materiais convencionais por rejeitos exerce influência no índice de vazios. Novamente, aos 28 dias, o teor de 50% parece ser o que leva a uma menor quantidade de vazios na mistura, indicando um melhor empacotamento da matriz cimentícia. Tal resultado converge com os resultados de resistência à compressão e à tração na flexão.

5.4.6. Absorção por capilaridade e coeficiente de capilaridade

A fim de melhor análise a respeito da absorção de água, as Figuras 5.19 e 5.20 apresentam a absorção por capilaridade ao longo do tempo para 7 e 28 dias.

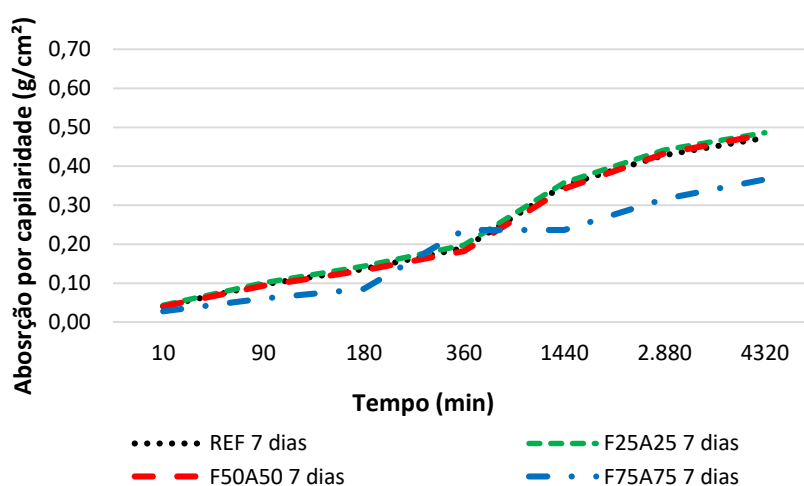


Figura 5.19 – Absorção por capilaridade com 7 dias de cura
Fonte: Elaborado pelo autor

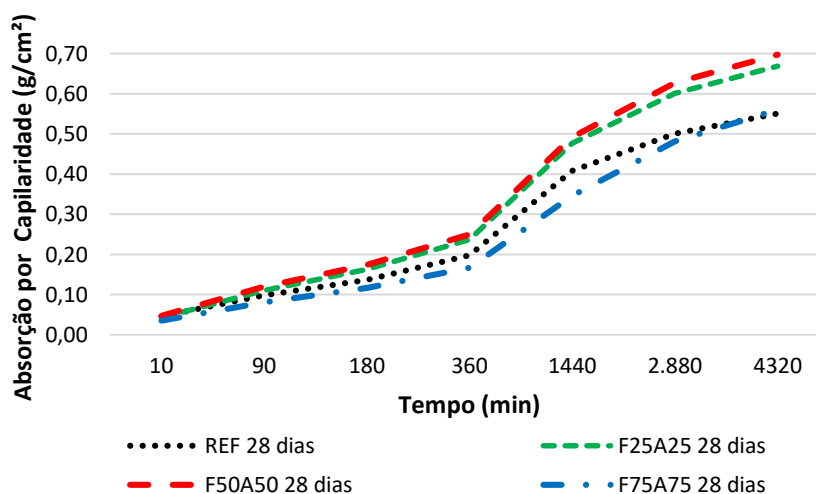


Figura 5.20 - Absorção por capilaridade com 28 dias de cura
Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que a absorção por capilaridade das amostras aos 28 dias é superior ao coeficiente das amostras aos 7 dias. Isso porque, à medida que ocorre o refinamento dos poros e densificação da matriz cimentícia, a pressão capilar torna-se maior nas argamassas de maior idade. Além disso, maior coeficiente de capilaridade foram observados nos traços F25A25 e F50A50, na medida em que houve melhor empacotamento das partículas (Tabela 5.7).

A Figura 5.21 apresenta o coeficiente de capilaridade aos 7 e aos 28 dias.

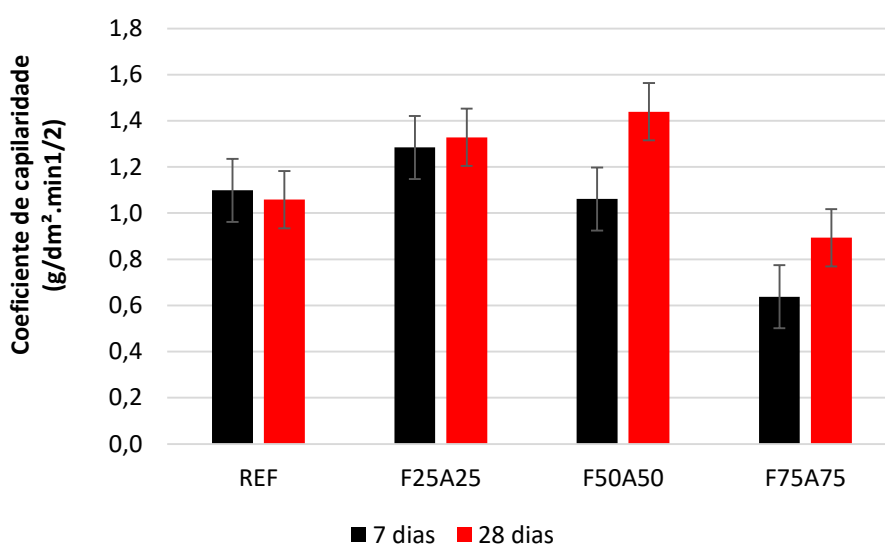


Figura 5.21 - Coeficiente de capilaridade aos 7 e aos 28 dias
Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se convergência nos resultados de absorção por capilaridade e coeficiente de capilaridade.

5.5. Parâmetros de durabilidade

A seguir são apresentados os resultados dos ensaios de resistividade elétrica volumétrica, carbonatação acelerada, penetração de cloretos, exposição a elevadas temperaturas, e atenuação de radiação.

5.5.1. Resistividade elétrica

Os resultados da resistividade elétrica obtidos pelo método volumétrico estão apresentados na Figura 5.22.

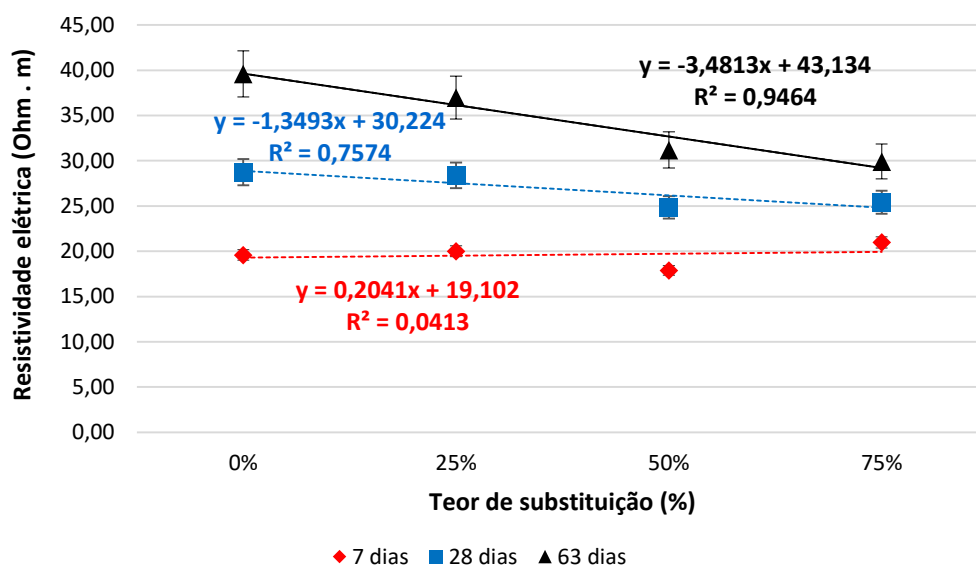


Figura 5.22 - Resistividade elétrica das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de se avaliar a consistência dos resultados, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme a Tabela 5.22.

Tabela 5.22 - ANOVA para resistividade elétrica

Idade (dias)	F	F crítico	Diferença
7	19,20441	2,991241	Significativa
28	20,92951	2,786229	Significativa
63	57,35509	2,769431	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Como o valor de F é maior que o valor de F crítico em todas as idades, rejeita-se H_0 , em que as médias das resistividades elétricas são estaticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o Teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.23.

Tabela 5.23 - Resultados do teste Tukey para a resistividade elétrica

Idade (dias)	REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
7	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Não significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
63	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que houve aumento da resistividade elétrica conforme a idade de cura. Esse crescimento se deve ao fato da água livre no interior da matriz cimentícia reduzir à medida que reage com os grãos de cimento, ocorrendo a hidratação do cimento. Durante esse processo, ocorre a densificação da matriz cimentícia, levando ao aumento da resistência do material quanto à passagem de cargas elétricas.

Cabe destacar que os resultados de resistividade elétrica não ultrapassaram 40 Ω .m. Conforme apresentado por Hornbostel, Larsen e Geiker (2013), valores inferiores a 50 Ω .m apresentam alto potencial de corrosão das armaduras. Segundo tal classificação, todos os traços desta pesquisa se enquadrariam nesse alto potencial. Porém, Hou *et al.* (2017) destacam que a resistividade elétrica sofre aumento devido aos agregados graúdos, os quais podem apresentar resistividade elevada e superior à pasta de cimento. Assim, pelo fato de se ter produzido argamassas (sem a utilização de agregados graúdos), valores menores de resistividade elétrica eram esperados.

Hou *et al.* (2017), por outro lado, salientam que agregados miúdos e graúdos produzem tortuosidades e, conseqüentemente, obstáculos à passagem da corrente elétrica. Esse fato pode ter causado a redução da resistividade elétrica. Aos 7 dias de cura, porém, não se observou uma tendência direta ou inversamente proporcional ao teor de rejeitos. Isso pode ter ocorrido em função de não ter havido a completa formação dos compostos hidratados, uma vez que o aditivo superplastificante apresenta uma pequena parcela em sua composição de substância capaz de retardar a pega do cimento. No que diz respeito ao aditivo químico, Correia (2019) obteve resultados inferiores de resistividade elétrica em amostras com tal substância, uma vez que há significativa quantidade de água livre e, pelo fato dos

íons presentes na água serem grandes condutores de eletricidade, a resistividade elétrica é reduzida.

Aos 7 e aos 28 dias de cura, não se observou uma tendência direta ou inversamente proporcional ao teor de rejeitos. Isso pode ter ocorrido em função de não ter havido a completa formação dos compostos hidratados, uma vez que o aditivo superplastificante apresenta uma pequena parcela em sua composição de substância capaz de retardar a pega do cimento. Aos 63 dias, nota-se uma possível tendência de redução da resistividade elétrica à medida que há incremento do teor de rejeitos, apresentando forte correlação ($R^2 = 0,95$). Isso pode estar relacionado com o aumento de rejeitos à base de ferro (ricos em magnetita/hematita) que possuem elevada condutividade elétrica comparado aos demais agregados convencionais, conforme discutido a seguir. Porém, por conta dessa elevada condutividade elétrica dos rejeitos, é importante destacar que a resistividade elétrica pode não ser a técnica mais adequada para avaliar a qualidade da matriz cimentícia com rejeitos de magnetita e hematita.

5.5.2. Condutividade elétrica da solução dos poros

Os resultados de condutividade elétrica da solução aquosa dos poros são apresentados na Figura 5.23.

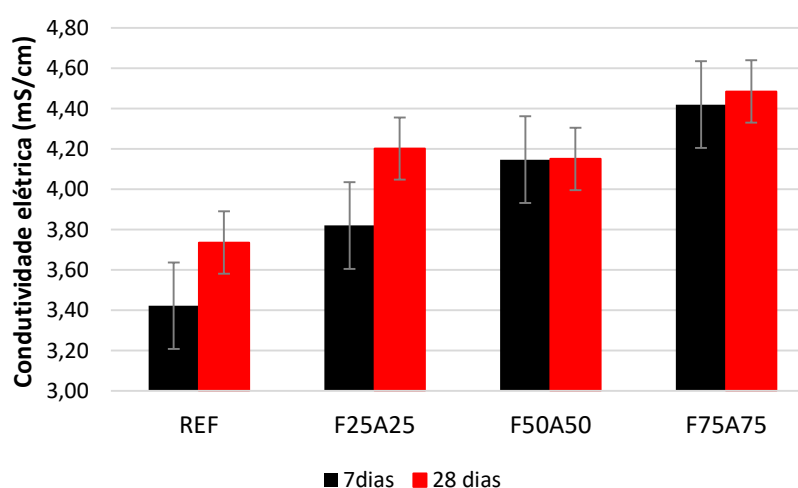


Figura 5.23 - Condutividade elétrica da solução aquosa dos poros
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de avaliar a consistência dos resultados da condutividade elétrica da solução aquosa dos poros das argamassas, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme as Tabelas 5.24 e 5.25.

Tabela 5.24 - ANOVA para condutividade elétrica aos 7 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	6,655	3	2,2183	2455,47	5,61 E-49	2,82	Significativa
Erro	0,040	44	0,0009				
Total	6,695	47					

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5.25 - ANOVA para condutividade elétrica aos 28 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	3,435	3	1,145	372,17	2,86E-31	2,82	Significativa
Erro	0,135	44	0,003				
Total	3,570	47					

Fonte: Elaborado pelo autor

Em ambas as idades, como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se H_0 , em que as médias das condutividades elétricas são estaticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.26.

Tabela 5.26 - Resultados do teste Tukey para a condutividade elétrica da solução aquosa dos poros

Idade (dias)	REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
7	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa
28	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

De acordo com a Tabela 5.26, verifica-se que em todos os testes houve diferença significativa, indicando que a substituição de materiais convencionais por rejeitos do

processamento do nióbio exerce influência na condutividade elétrica da solução aquosa dos poros.

É possível notar tendência de aumento da condutividade elétrica à medida que o teor de rejeitos é elevado. Vaillant (2013) salienta que a condutividade de concretos e argamassas é influenciada pelas características dos poros e pela solução nele presentes. Portanto, como os rejeitos são ricos em ferro (à base de barita e de magnetita) e compõem até 75% da fração do agregado miúdo, é possível que a solução apresente tal resultado de elevação da condutividade elétrica.

5.5.3. Profundidade de carbonatação e pH da solução dos poros

A aparência dos corpos de prova após aspersão de fenolftaleína e os resultados da profundidade de carbonatação são apresentados nas Figuras 5.24 e 5.25. Os resultados foram obtidos após 30 dias em câmara de carbonatação acelerada.

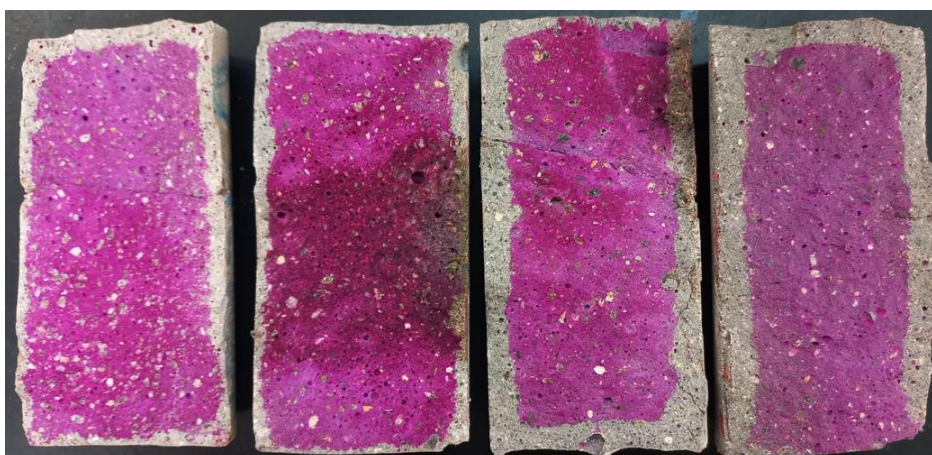


Figura 5.24 - Amostras após aspersão de fenolftaleína (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50, (d) F75A75

Fonte: Elaborado pelo autor

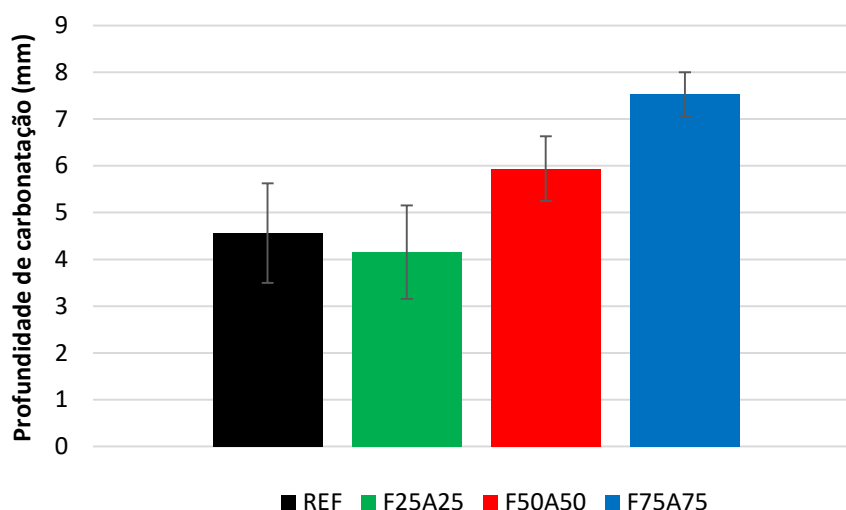


Figura 5.25 – Resultados da profundidade de carbonatação
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de avaliar a consistência dos resultados da profundidade de carbonatação, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme a Tabela 5.27.

Tabela 5.27 - ANOVA para profundidade de carbonatação aos 30 dias

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	140,063	3	46,688	65,92	$4,25 \times 10^{-21}$	2,72	Significativa
Erro	53,824	76	0,708				
Total	193,867	79					

Fonte: Elaborado pelo autor

Como o valor de F é maior que o valor de F crítico em todas as idades, rejeita-se H_0 , em que as médias das profundidades de carbonatação são estaticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.28.

Tabela 5.28 - Resultados do teste Tukey para a profundidade de carbonatação

REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados demonstram que em todos os testes houve diferença significativa, indicando que a substituição de materiais convencionais por rejeitos exerce influência na profundidade de carbonatação.

Conforme Kazmierczak (1995), Ollivier *et al.* (2014) e González-Ortega *et al.* (2019), a qualidade da matriz influencia na velocidade de carbonatação, sobretudo em função da porosidade. No portfólio bibliográfico apresentado, González-Ortega *et al.* (2019) observaram melhor desempenho da barita em relação ao traço referência. No entanto, Józwiak-Niedźwiedzka *et al.* (2020) notaram pior desempenho da magnetita em comparação à amostra de referência. Assim, por conta deste estudo analisar os dois tipos de minerais simultaneamente, o pior desempenho do traço com elevado teor de rejeito (amostra F75A75) pode ser atribuído ao formato dos grãos da magnetita quando comparados às partículas de areia, apresentado maior índice de vazios.

Por conta disso, a Figura 5.26 evidencia o comportamento similar da profundidade de carbonatação e do índice de vazios. O aumento da profundidade de carbonatação é esperado em amostras com menor teor de material cimentício, uma vez que os compostos hidratados do cimento garantem a manutenção do pH.

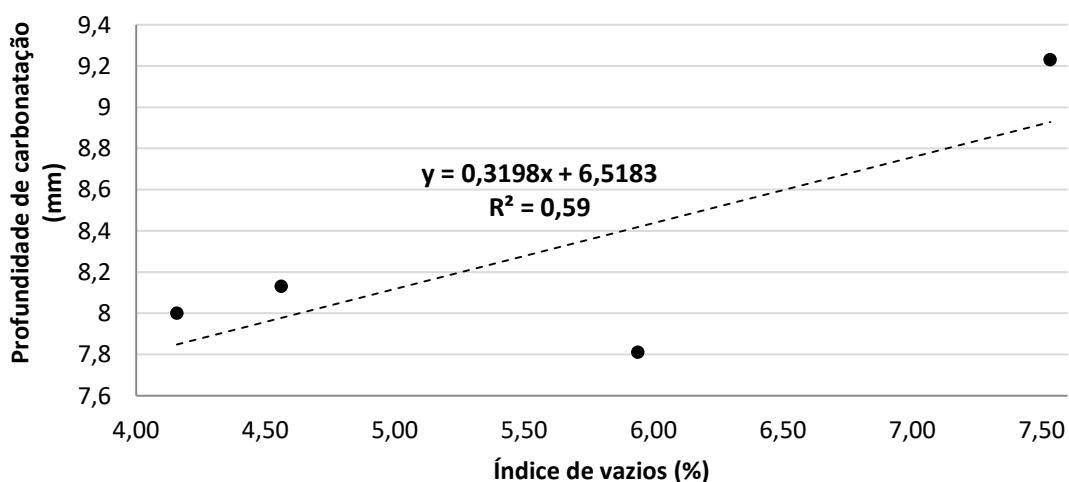


Figura 5.26 - Correlação entre Profundidade de carbonatação e Índice de vazios aos 28 dias
Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se, com exceção da amostra F50A50, a similaridade da profundidade de carbonatação com o índice de vazios da amostra, destacando que o aumento da porosidade tende a apresentar maiores profundidades de carbonatação, conforme a correlação moderada ($R^2 = 0,59$). Mais uma vez, isso demonstra um ponto de virada da curva de desempenho em torno de 50% de rejeitos, ou seja, um teor aproximado entre 25% e 50% de substituição pode indicar uma concentração ótima que limite a porosidade (índice de vazios) e a penetração de CO_2 (profundidade de carbonatação).

Porém, cabe destacar que todas as amostras apresentaram valores de profundidade carbonatada abaixo do cobrimento mínimo (20 mm) estabelecido pela NBR 6118 (ABNT, 2014). Kulakowski (2002) salienta que a profundidade e a velocidade de carbonatação dependem da estrutura de poros da matriz cimentícia, dos mecanismos de difusão do CO_2 , além da reserva alcalina da fase líquida, que está intimamente relacionada à composição química dos materiais. Além disso, análises com exposição de CO_2 em idades mais avançadas se fazem necessárias para verificar a consistência desse comportamento ao longo do tempo. Para isso, corpos de prova já foram preparados e os testes estão atualmente em andamento. Para complementar a análise da profundidade de carbonatação, analisou-se o pH das regiões carbonatadas e não carbonatadas das amostras ensaiadas (Figura 5.27).

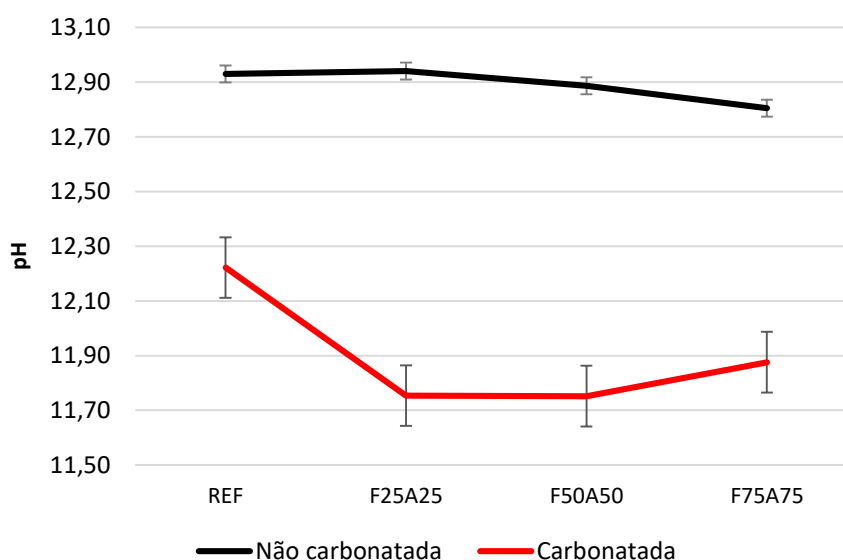


Figura 5.27 - pH da solução dos poros
Fonte: Elaborado pelo autor

No que diz respeito ao pH da solução dos poros, observa-se comportamentos diferentes das regiões carbonatadas e não carbonatadas. Assim, não é possível verificar um padrão entre as amostras. No entanto, é possível notar discreta redução do pH nos traços F50A50 e F75A75 das regiões não carbonatadas, além da nítida redução dos traços com rejeitos nas amostras carbonatadas. Cabe destacar que o pH das amostras não carbonatadas variou na faixa de 12,80 a 12,94, resultados estes considerados dentro da normalidade para materiais cimentícios (MCPOLIN; BASHEER; LONG, 2009; PU *et al.*, 2012).

5.5.4. Profundidade de penetração de cloretos

A aparência dos corpos de prova após aspensão de nitrato de prata e os resultados da profundidade de penetração de cloretos (aos 30 dias de exposição em solução salina) são apresentados nas Figuras 5.28 e 5.29.

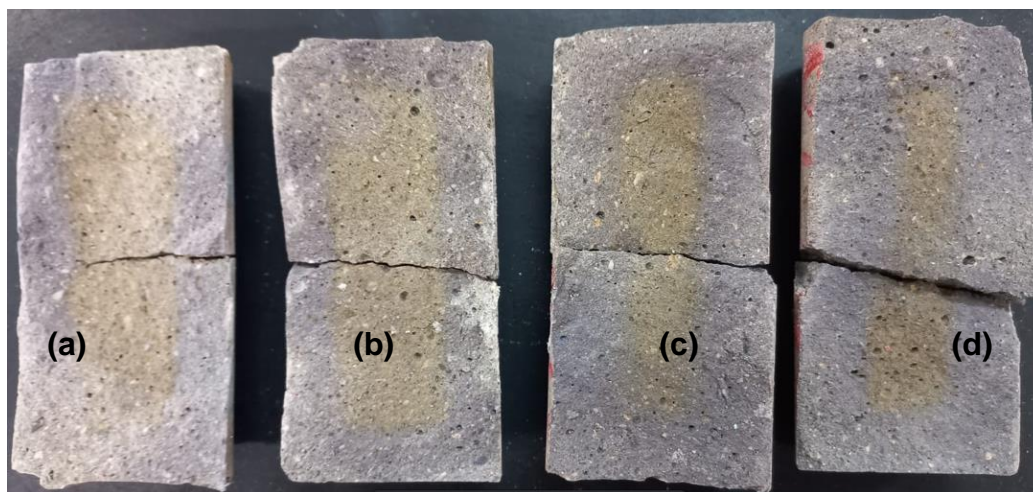


Figura 5.28 - Amostras após aspensão de nitrato de prata (a) REF, (b) F25A25, (c) F50A50, (d) F75A75

Fonte: Elaborado pelo autor

As amostras REF e F25A25 apresentaram comportamento semelhante em relação à profundidade de penetração de cloretos. Porém, nas amostras F50A50 e F75A75, a frente de penetração de cloretos sofreu ligeiro aumento em função do aumento do teor de rejeitos. Esse resultado está de acordo com Józwiak-Niedźwiedzka *et al.* (2020), que observaram aumento no coeficiente de migração de cloretos ao utilizarem magnetita em substituição aos agregados graúdos e miúdos.

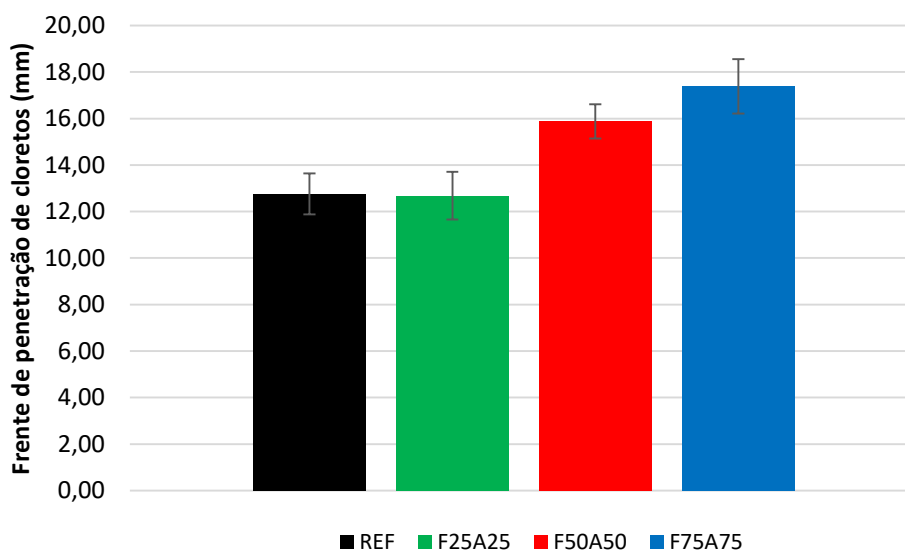


Figura 5.29 - Resultados da frente de penetração de cloretos
Fonte: Elaborado pelo autor

A fim de avaliar a consistência dos resultados da frente de penetração de cloretos, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme a Tabela 5.29.

Tabela 5.29 - ANOVA para frente de penetração de cloretos

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	493,833	3	164,611	175,40	6,14 E-43	2,68	Significativa
Erro	108,865	116	0,938				
Total	602,698	119					

Fonte: Elaborado pelo autor

Como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se H_0 , em que as médias das profundidades de penetração de cloretos são estaticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme a Tabela 5.30.

Tabela 5.30 - Resultados do teste Tukey para a penetração de cloretos

REF e F25A25	REF e F50A50	REF e F75A75	F25A25 e F50A50	F25A25 e F75A75	F50A50 e F75A75
Não significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Com exceção do REF e FA25A50, verifica-se que em todos os testes houve diferença significativa, indicando que a substituição acima de 25% de materiais convencionais por rejeitos exerce influência na penetração de cloretos. Além disso, salienta-se a necessidade de se avaliar a penetração de cloretos em idades de exposição mais avançadas, cujos testes estão atualmente em andamento.

De acordo com Ollivier *et al.* (2014), a penetração e a progressão dos cloretos podem ocorrer por difusão e por absorção capilar. Por conta disso, o comportamento da profundidade de penetração de cloretos e da absorção por capilaridade foram analisados, conforme a Figura 5.30.

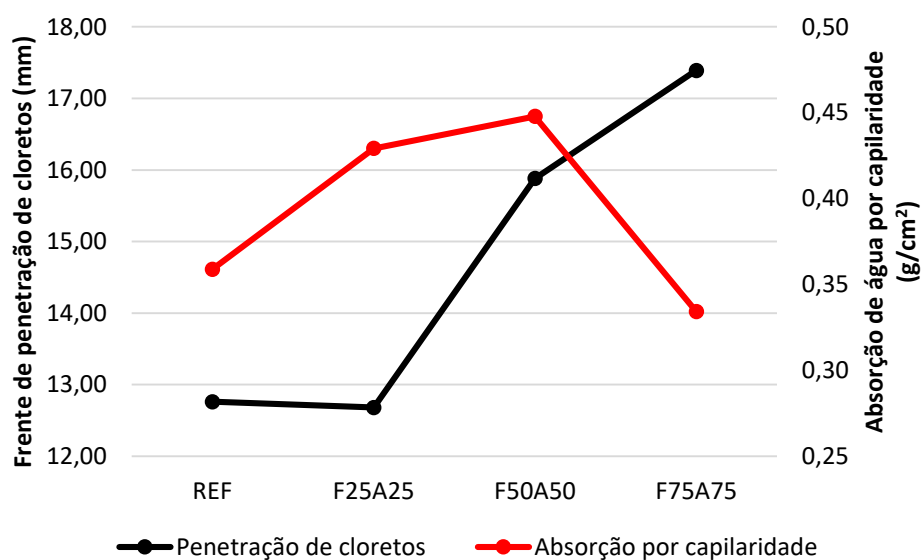


Figura 5.30 - Penetração de cloretos x Absorção por capilaridade
Fonte: Elaborado pelo autor

Assim, verifica-se que o comportamento entre os traços REF, F25A25 e F50A50 era esperado, ou seja, à medida que se aumenta a absorção capilar, aumenta-se a penetração de cloretos. Isso pode estar relacionado com o refinamento dos poros capilares pela incorporação de rejeitos. Entretanto, em teores elevados de rejeitos (75% de substituição), apesar do menor valor de absorção capilar, verificou-se o maior valor de penetração de cloretos. Isso pode ser justificado pelo alto valor de índice de vazios provocados pelo inadequado empacotamento de partículas na matriz (Figura 5.16). Dessa forma, a maior quantidade de vazios levou à maior facilidade de entrada de cloretos no compósito. Conforme Câmara (2020), é

importante destacar que a ação combinada do ataque de cloretos e da carbonatação é bastante deletéria às estruturas.

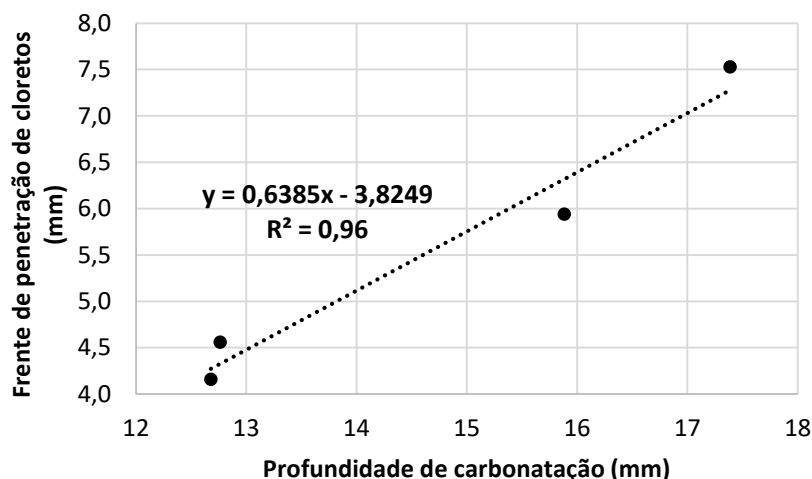


Figura 5.31 - Correlação entre Frente de penetração de cloretos e Profundidade de carbonatação, ambos aos 30 dias

É possível observar forte correlação ($R^2=0,96$) entre a frente de penetração de cloretos e a profundidade de carbonatação. Ademais, cabe destacar que as ações mais deletérias às matrizes cimentícias foram identificadas nas amostras F50A50 e F75A75. Portanto, pode existir um teor de substituição de rejeitos entre 25% e 50% que seja ótimo para a densificação da matriz, aumento de resistência mecânica e proteção contra ataque de agentes deletérios (em especial CO_2 e cloretos).

5.5.5. Exposição a elevadas temperaturas

Os resultados da perda de massa após exposição a elevadas temperaturas são apresentados na Figura 5.32.

A perda de massa foi obtida a partir da diferença entre as massas antes e após o ensaio a elevadas temperaturas. O percentual de perda de massa sofreu aumento à medida que a temperatura é elevada devido à desidratação da matriz cimentícia, à evaporação da água dos agregados, à decomposição dos compostos hidratados do cimento (etringita, gel C-S-H e carboaluminatos) e à fragmentação da camada superficial (WANG *et al.*, 2015; YÜKSEL; SIDDIQUE; ÖZKAN, 2011). Essa

desidratação corresponde à perda da água quimicamente ligada da matriz cimentícia (DEMIR; GÜMÜŞ; GÖKÇE, 2020).

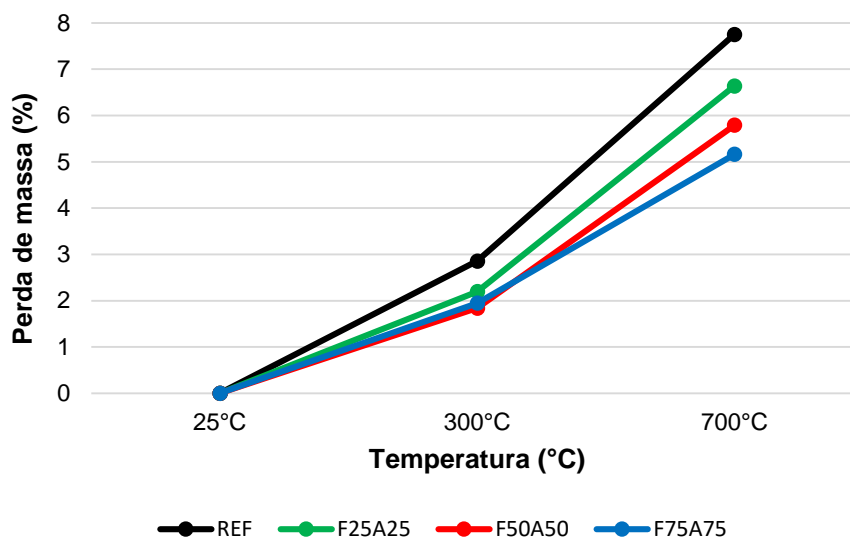


Figura 5.32 - Perda de massa
Fonte: Elaborado pelo autor

No intuito de avaliar a consistência dos resultados da perda de massa, realizou-se a ANOVA com nível de significância de 5%, conforme as Tabelas 5.31 e 5.32.

Tabela 5.31 - ANOVA para perda de massa a 300°C

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	1,864	3	0,621	11,44	0,002894	4,07	Significativa
Erro	0,434	8	0,054				
Total	2,298	11					

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5.32 - ANOVA para perda de massa a 700°C

Fonte da variação	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F	valor-P	F crítico	Diferença
Fator	11,295	3	3,765	280,28	1,93E-08	4,07	Significativa
Erro	0,107	8	0,013				
Total	11,403	11					

Fonte: Elaborado pelo autor

A 300°C e 700°C, como o valor de F é maior que o valor de F crítico, rejeita-se H_0 , em que as médias das perdas de massa são estaticamente equivalentes, ao nível de significância de 5%. Por conta disso, realizou-se o Teste Tukey para verificar, par a par, quais médias eram significativamente diferentes, conforme as Tabelas 5.33 e 5.34.

Tabela 5.33 - Resultados do teste Tukey para a perda de massa a 300°C

REF e	REF e	REF e	F25A25 e	F25A25 e	F50A50 e
F25A25	F50A50	F75A75	F50A50	F75A75	F75A75
Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Não significativa	Não significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

Tabela 5.34 - Resultados do teste Tukey para a perda de massa a 700°C

REF e	REF e	REF e	F25A25 e	F25A25 e	F50A50 e
F25A25	F50A50	F75A75	F50A50	F75A75	F75A75
Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa	Significativa

Fonte: Elaborado pelo autor

A 300° C, verifica-se que, ao comparar, par a par, os traços F25A25 com F75A75, além do F50A50 e F75A75, não há diferença significativa entre eles, indicando que a substituição em diferentes teores de rejeitos pode ter significância apenas entre o traços sem rejeitos (REF) e com rejeitos (F25A25, F50A50 e F75A75). Porém, a 700°C observa-se que há significância em todos os traços.

Nota-se, também, que em função do aumento da massa específica, houve redução da perda de massa. As amostras submetidas a 300°C apresentaram perda de massa entre 1,84% e 2,85%, enquanto a 700°C a perda foi entre 5,16% e 7,75%. Verifica-se que o aumento do teor de rejeitos provocou redução da perda de massa. Tal fato demonstra que os rejeitos com elevada densidade apresentam boa estabilidade térmica a temperaturas elevadas. Além disso, tais rejeitos possuem baixa capacidade de absorção de água, uma vez que a perda de massa também é influenciada, em grande parte, pela perda de água. Isso também está relacionado, conforme explica Horszczaruk *et al.* (2017), à alta condutividade térmica dos rejeitos, a qual leva ao processo de difusão da água absorvida ao agregado, quando a temperatura é elevada. Gencel (2012) e Horszczaruk *et al.* (2017) também notaram

que materiais ricos em ferro apresentaram melhores resultados ao serem expostos a elevadas temperaturas. Além desses fatores, a perda de massa a 700°C está relacionada ao índice de vazios das amostras, conforme é apresentado na Figura 5.33.

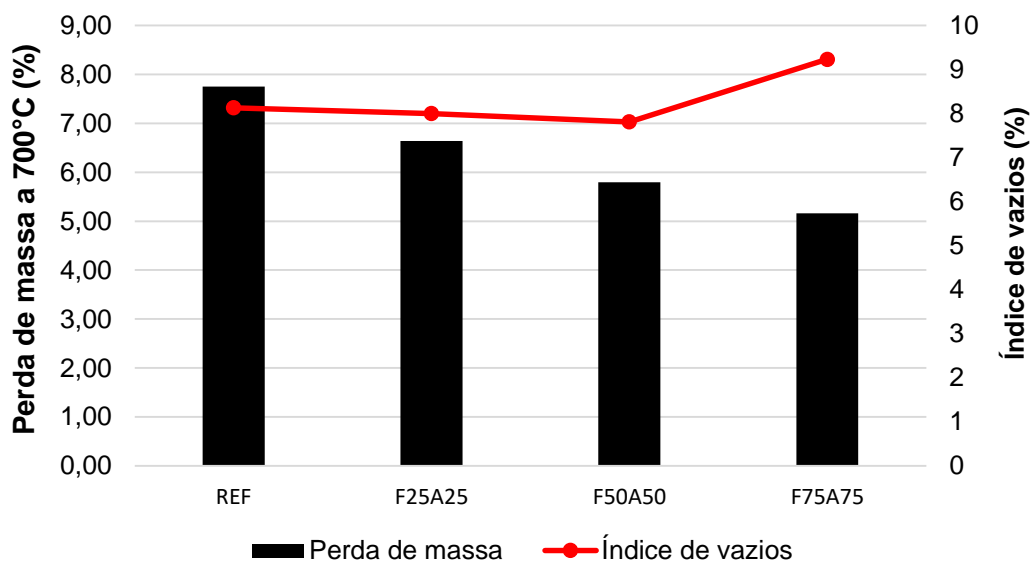
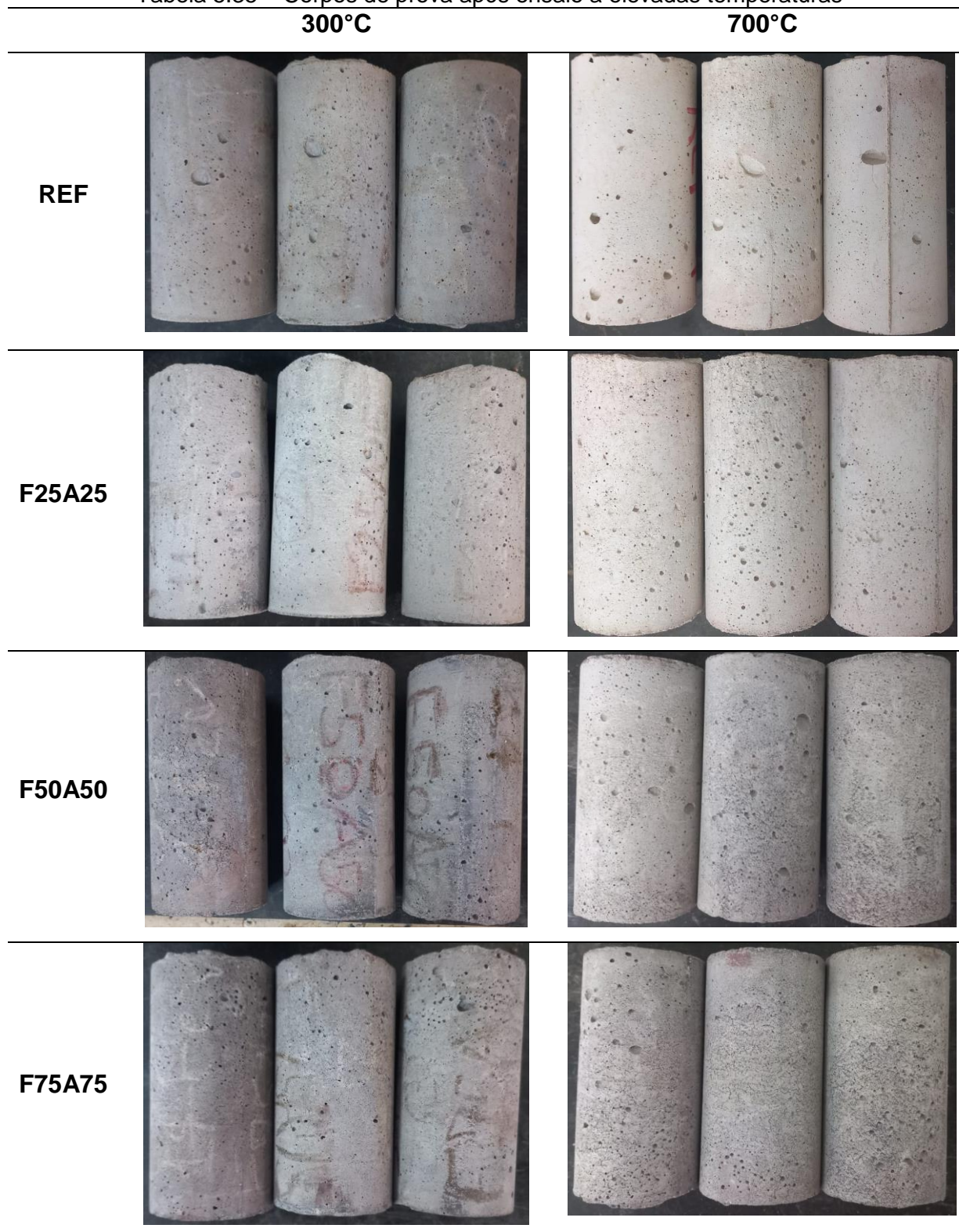


Figura 5.33 - Perda de massa x Índice de vazios
Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que a perda de massa, nos traços REF, F25A25 e F50A50, reduziu à medida que houve aumento do teor de rejeitos. Porém, no traço F75A75, apesar da perda de massa ter sido menor que nas demais amostras, o índice de vazios foi superior aos demais. Isso demonstra que houve bom empacotamento de partículas nos traços F25A25 e F50A50 e, por isso, o desempenho frente à exposição a elevadas temperaturas foi superior. A maior densificação da matriz cimentícia provoca aumento das tensões internas em elevadas temperaturas (HORSZCZARUK *et al.*, 2017).

A Tabela 5.35 apresenta os corpos de prova após o ensaio a elevadas temperaturas.

Tabela 5.35 – Corpos de prova após ensaio a elevadas temperaturas



Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que não houve ocorrência de *spalling* explosivo em nenhuma das amostras ensaiadas. Conforme Fernandes *et al.* (2017) e Heo, Lee e Lee (2016), a partir de

400°C pode haver decomposição de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em CaO e água, o que provoca aumento de tensão na matriz cimentícia e, conseqüentemente, microfissuras, aumentando, assim, a perda de massa. A partir da inspeção visual, verificou-se que nas amostras submetidas a 300°C, poucas microfissuras foram observadas e a 700°C formaram-se um pouco mais de microfissuras, mas ainda assim não comprometeram a superfície das amostras.

Observa-se também que há manchas cor cinza-escura em algumas amostras, sobretudo nos traços F50A50 e F75A75. Essa variação pode ter sido mais significativa nesses traços em função do posicionamento no interior do forno, conforme é apresentado na Figura 5.34.



Figura 5.34 - Posicionamento das amostras no interior do forno
Fonte: Elaborado pelo autor

Na Figura 5.34, nota-se uma abertura na parte inferior esquerda, onde as chamas se formam. Por conta disso, as amostras mais próximas dessa abertura ficaram diretamente sujeitas às chamas e, por conseqüência, apresentaram algumas manchas. Cabe salientar que há, na seqüência, 3 amostras por traço, numeradas de 1 a 3. Portanto, observa-se que as amostras de número 1 e 3 dos traços F50A50 e F75A75 apresentaram maior dano em função da incidência direta das chamas. Porém, a perda de massa não foi influenciada por tal fato.

Após aferir a perda de massa e realizar a inspeção visual, as amostras foram submetidas ao ensaio de resistência à compressão residual, a fim de se avaliar o percentual de redução do desempenho nas diferentes temperaturas (Figura 5.35).

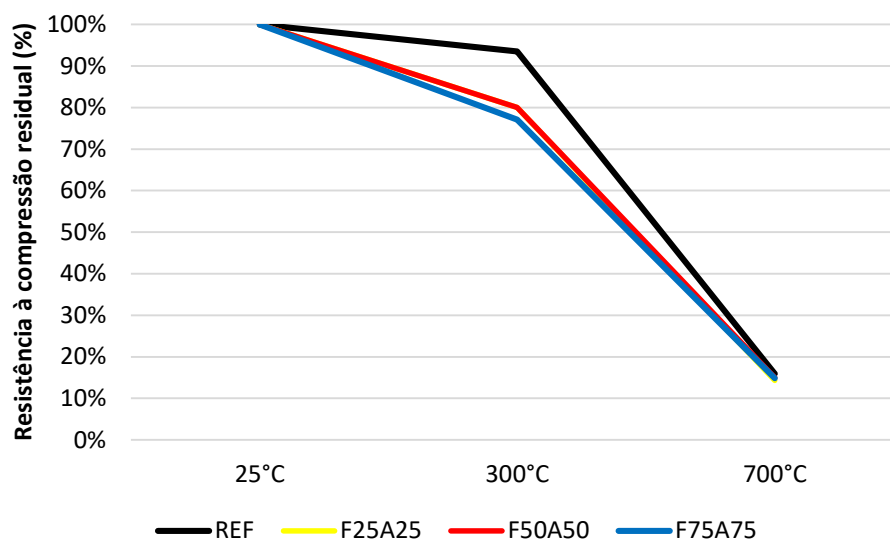


Figura 5.35 - Resistência à compressão residual das argamassas. Comportamento das amostras F25A25 e F50A50 foram quase coincidentes pela escala do gráfico.

Fonte: Elaborado pelo autor

A 300°C, é possível perceber que o traço referência sofreu menor redução de desempenho. Os traços F25A25 e F50A50 apresentaram percentual de redução similar a 300°C (menor que 20%). Verifica-se que a 300°C houve redução da resistência à compressão à medida que o teor de rejeitos foi incorporado, apesar do comportamento similar dos teores 25% e 50%. A menor perda de massa em amostras com rejeitos a 300°C (Figura 5.32) pode ter levado a uma maior concentração de tensão interna na matriz, o que resultou em menor resistência à compressão após exposição ao fogo. Além disso, uma possível desagregação de óxidos presentes nos rejeitos pode ter contribuído para a redução da resistência mecânica residual. Entretanto, a 700°C, essa relação não foi observada. No entanto, a 700°C houve percentual de redução semelhante em todas as amostras.

Além disso, verifica-se que houve uma expressiva queda de resistência mecânica entre as amostras ensaiadas a 300°C e 700°C. Isso mostra o efeito deletério da exposição a elevadas temperaturas para qualquer tipo de argamassa (com e sem rejeitos). A 700°C, todos os compósitos apresentaram significativa redução de

resistência (abaixo de 20 MPa). Tal análise reforça a hipótese de que deve haver um teor ótimo entre 25% e 50% de rejeitos, em que são alcançados os melhores desempenhos físico-mecânico e de durabilidade do compósito cimentício.

5.5.6. Atenuação da radiação

Os resultados das curvas de atenuação dos materiais de referência e das argamassas são apresentados nas Figuras 5.36 e 5.37.

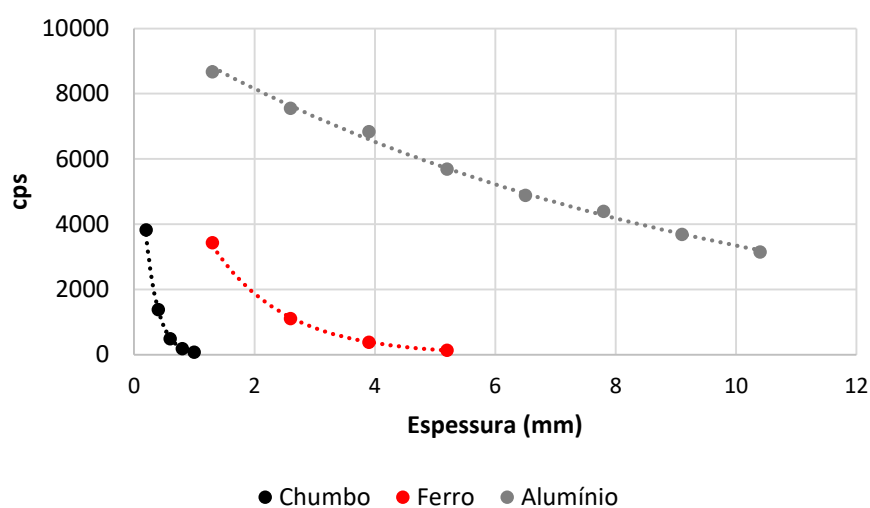


Figura 5.36 - Curva de atenuação dos materiais de referência
Fonte: Elaborado pelo autor

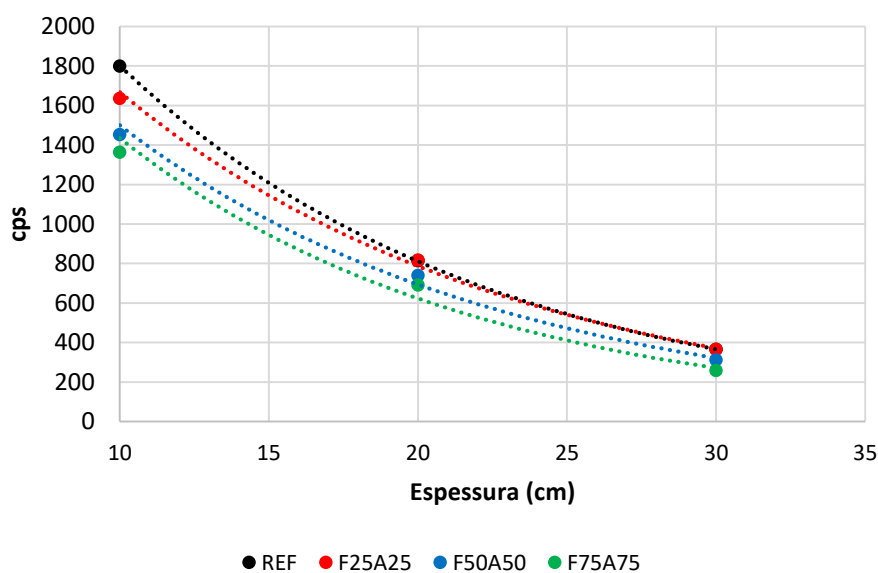


Figura 5.37 - Curva de atenuação das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

É possível notar que as curvas apresentam regularidade em sua forma, sem elevadas oscilações. Isso indica que a atenuação é proporcional ao aumento da espessura. Além disso, em se tratando das argamassas, possivelmente há homogeneidade entre os corpos de prova do mesmo traço, devido ao caráter similar e sem discrepâncias nos pontos das curvas de atenuação.

Os resultados do coeficiente de atenuação linear e do coeficiente de atenuação mássico são apresentados nas Figuras 5.38 e 5.39.

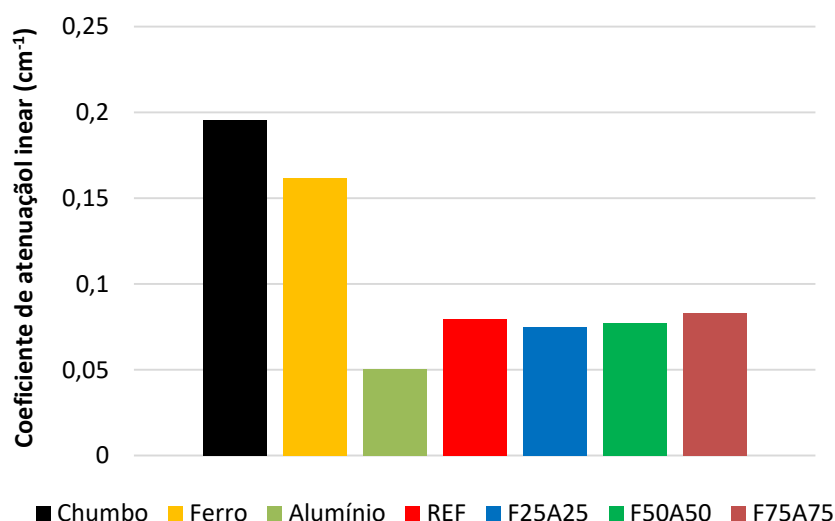


Figura 5.38 - Coeficiente de atenuação linear dos materiais de referência e das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

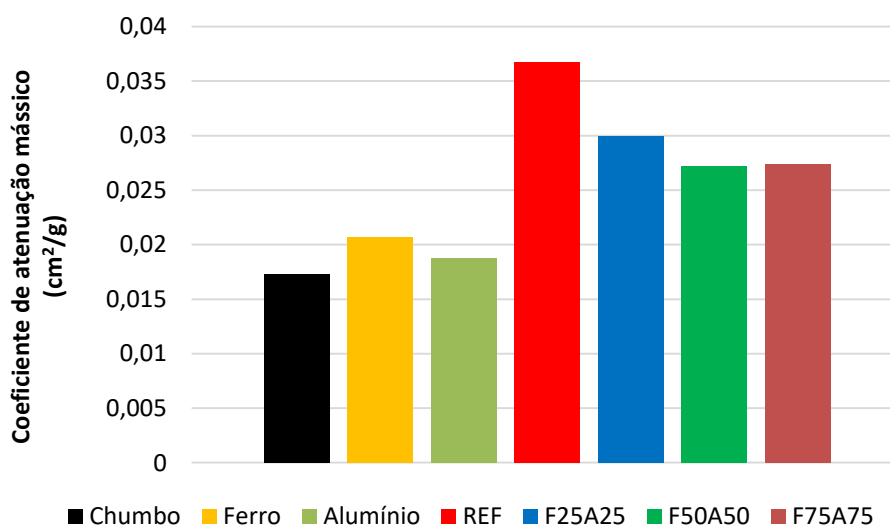


Figura 5.39 - Coeficiente de atenuação mássico dos materiais de referência e da argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

Nota-se que o coeficiente de atenuação linear das argamassas não apresentou grandes variações nos diversos teores de rejeitos. Porém, ao analisar o coeficiente de atenuação mássico, que considera a densidade do material utilizado como blindagem radioativa, houve diferença entre o traço referência e as amostras com rejeitos. Apenas para efeito comparativo, o alumínio apresenta massa específica de 2.700 Kg/m^3 , ou seja, valor próximo às massas específicas dos traços analisados. Isso pode indicar bom desempenho dos traços para proteções radiológicas.

Os resultados da camada semirredutora das argamassas são apresentados na Figura 5.40.

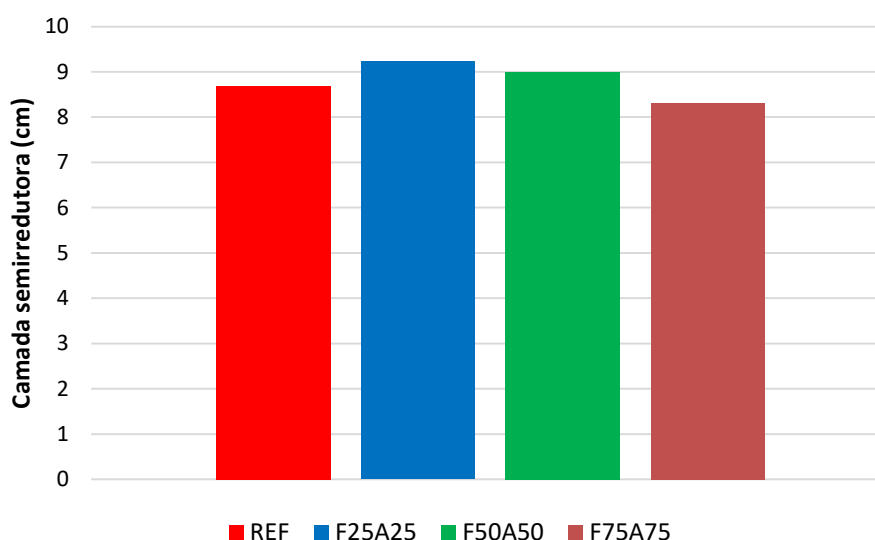


Figura 5.40 - Camada semirredutora das argamassas
Fonte: Elaborado pelo autor

Os resultados indicam valores muito próximos, diferenciando-se apenas na escala em mm. Esperava-se que o traço REF apresentasse maior espessura, em função da menor massa específica. Porém, pode ter ocorrido o fenômeno conhecido como *build up*. Segundo Tauhata *et al.* (2003), supõe-se que os fótons espalhados pelas interações são removidos do feixe transmitido, na direção da incidência. Porém, isso somente ocorre para feixes colimados e com espessura fina de material absorvedor, na medida em que são requisitos de boa geometria.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O desenvolvimento deste trabalho buscou estudar e avaliar a influência na durabilidade de matrizes cimentícias produzidas com rejeitos de mineração de nióbio. Essa aplicação foi em substituição ao material de preenchimento (pó de pedra) e agregado miúdo (areia natural), nos teores de 25%, 50% e 75% (em volume).

Quanto às características dos rejeitos, constatou-se que eles são ricos em barita e em magnetita/hematita. Possuem tamanhos de partículas inferiores aos respectivos materiais convencionais, porém com maior massa específica. Além disso, os rejeitos analisados estão dentro de limites aceitáveis de níveis de radiação para utilização.

Quanto às propriedades no estado fresco, observou-se que a consistência é afetada pelas características dos rejeitos, tanto devido à finura como à morfologia, mas sem reduzir a coesão. Em função da elevada massa específica dos rejeitos em relação aos agregados convencionais, observou-se significativo aumento da densidade à medida que se eleva o teor de substituição. Em contrapartida, o teor de ar incorporado na argamassa é reduzido ao incrementar a quantidade de rejeitos, devido ao menor tamanho de partículas e melhor empacotamento da mistura.

No que diz respeito às propriedades físico-mecânicas, a incorporação de rejeitos pode aumentar em até 25% a resistência à compressão aos 28 dias. Além disso, é possível que exista um teor ótimo de incorporação dos rejeitos em torno de 50%, dado que teores acima e abaixo desse percentual apresentaram resultados estatisticamente similares e inferiores. Ademais, os rejeitos contribuíram para um melhor empacotamento das partículas na matriz cimentícia e, conseqüentemente, maior formação de compostos hidratados, os quais contribuem para a resistência mecânica. Quanto à resistência à tração, notou-se, novamente, que o teor de 50% apresentou desempenho próximo ao traço de referência e comportamento similar nas duas idades analisadas, indicando convergência entre os resultados de resistência à compressão e à tração. Em relação ao módulo de elasticidade, verificou-se comportamentos próximos da amostra de referência e da amostra com

teor de 50%, apesar da análise estatística não demonstrar tal fato. Acerca da porosidade, foi percebida redução desse parâmetro em função do aumento do teor de rejeitos. Entretanto, teores excessivos (cerca de 75%) pode levar a um aumento significativo do índice de vazios aos 28 dias. Nesse contexto, teores em torno de 50% de substituição apresentam menor porosidade. A massa específica dos compósitos foi significativamente aumentada com a incorporação dos rejeitos, sendo classificados como concretos pesados. Essa característica pode indicar possíveis usos dos compósitos ecoeficientes para melhoria de blindagens de radiação ionizante em usinas nucleares e hospitais.

No que se refere à durabilidade, notou-se redução da resistividade elétrica em função do aumento do teor de rejeitos, uma vez que materiais ricos em magnetita/hematita apresentam elevada condutividade elétrica quando comparados aos agregados convencionais. Relativamente à carbonatação, ao comparar com a porosidade das amostras, um teor aproximado entre 25 e 50% indicou concentração ótima que limita a porosidade e a penetração de CO_2 . Com o incremento no teor de rejeitos, o pH da solução aquosa dos poros apresentou discreta redução nas amostras não carbonatadas, porém significativa redução em regiões carbonatadas. No que concerne à penetração de cloretos, notou-se comportamento similar entre a amostra de referência e o teor de 25%, apresentando discreto aumento nos teores 50 e 75%. Esse parâmetro ratificou os resultados de carbonatação, uma vez que indicaram teor ótimo entre 25 e 50%, que contribui para a densificação da matriz cimentícia. A exposição a elevadas temperaturas indicou que a perda de massa foi reduzida ao elevar o teor de rejeitos, indicando boa estabilidade térmica e baixa capacidade de absorção de água dos rejeitos. A resistência à compressão após exposição a elevadas temperaturas indicou uma redução entre as amostras com rejeitos a 300°C. Isso pode estar associada com o acúmulo de tensões internas devido à menor perda de massa durante o ensaio. A 700°C, todos os compósitos apresentaram significativa redução de resistência, abaixo de 20 MPa. Em relação à atenuação da radiação, observou-se coeficientes de atenuação linear e valores da camada semirredutora muito próximos entre as amostras. Sobre o coeficiente de atenuação mássico, bom desempenho foi notado nos compósitos com teores de 50 e 75% de rejeitos.

Portanto, o presente trabalho propõe uma alternativa ecoeficiente em agregar valor ao rejeito de mineração de nióbio para uso em matrizes cimentícias para fins estruturais. Os compósitos com rejeitos apresentam resistência e durabilidade equivalentes ou superiores às argamassas convencionais, sobretudo em teores de substituição entre 25 e 50% dos agregados convencionais.

6.1 Conclusões

Sobre a substituição parcial do material de preenchimento e do agregado miúdo convencionais por rejeitos de mineração de nióbio em compósitos cimentícios, é possível concluir que:

- Os ensaios físico-mecânicos indicaram teor ótimo de substituição em torno de 50%;
- Os compósitos com rejeitos apresentam potencial aplicação em estruturas de concreto pesado, sobretudo em teores acima de 25%;
- A resistividade elétrica foi reduzida ao se incorporar maior teor de rejeitos devido à elevada condutividade elétrica da magnetita/hematita;
- Comportamentos similares entre a profundidade de carbonatação e a porosidade indicam teor ótimo entre 25% e 50% de rejeitos;
- Redução do pH da solução aquosa dos poros, sobretudo em regiões carbonatadas do compósito cimentício;
- A penetração de cloretos aponta discreto aumento nos teores 50% e 75% de rejeitos;
- O ensaio de exposição a elevadas temperaturas sinaliza boa estabilidade térmica e baixa capacidade de absorção de água dos rejeitos;
- O ensaio de atenuação da radiação indica desempenho similar entre as amostras quanto ao coeficiente de atenuação linear e à camada semirredutora, além de bom desempenho nos teores 50 e 75% quanto ao coeficiente de atenuação mássico.

6.2 Sugestões para trabalhos futuros

A seguir, são apresentadas sugestões para continuidade do trabalho, no intuito de avaliar a influência do rejeito de mineração de nióbio nas matrizes cimentícias.

- Avaliação da durabilidade em teores entre 25% e 50%, alterando em 5% para cada amostra, mantida a mesma dosagem desta pesquisa;
- Estudo da durabilidade de concretos (uso de agregado graúdo) utilizando a mesma dosagem desta pesquisa;
- Análise da influência do aditivo na durabilidade de matrizes cimentícias;
- Análise da microestrutura das argamassas após exposição às condições agressivas;
- Estudo da durabilidade utilizando outros tipos de cimento e de material de enchimento, além de outras relações água/cimento e diferentes percentuais de aditivo superplastificante sobre a massa de cimento;
- Análise comparativa de argamassas com outros tipos de aditivos químicos;
- Estudo da atenuação da radiação em amostras de menor espessura;
- Estudo de argamassas utilizando os rejeitos de mineração de nióbio simultaneamente a outros resíduos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACOSTA, Y. J. C. **Argamassa de cimento Portland com adição de barita (BaSO₄)**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia) - Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2020.

AFONSO, M. H. F. *et al.* Como construir conhecimento sobre o tema de pesquisa? Aplicação do processo Proknow-C na busca de literatura sobre avaliação do desenvolvimento sustentável. **Revista de Gestão Social e Ambiental**, v. 5, n. 2, p. 47–62, 2012.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). **Reservas e produção**. Brasília, 2019a. Disponível em: <http://www.mme.gov.br/documents/36108/411072/PAINEL+1+Nb_MME_2019_safe+1000.pdf/00029447-3fdf-bc49-533e-65a8e6a14dcf?version=1.0>. Acesso em: 25 jul. 2021.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). **Sumário mineral 2017**. Brasília, 2019b. Disponível em: <https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/sumariomineral_2017/view>. Acesso em: 25 jul. 2021.

AGNEW, D. C.; CONSTABLE, C. **Geophysical Data Analysis: Statistics**. n. 4, p. 1–13, 2008.

AHMAD, I. *et al.* Densification of concrete using barite as fine aggregate and its effect on concrete mechanical and radiation shielding properties. **Journal of Engineering Research (Kuwait)**, v. 7, n. 4, p. 81–95, 2019.

AKSOGAN, O.; BINICI, H.; ORTLEK, E. Durability of concrete made by partial replacement of fine aggregate by colemanite and barite and cement by ashes of corn stalk, wheat straw and sunflower stalk ashes. **Construction and Building Materials**, v. 106, p. 253–263, 2016.

ALBUQUERQUE, S. M. **Estudo para o desenvolvimento e caracterização de concretos de massa específica elevada para proteção às radiações gama e X**. 2014. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) - IPEN, 2014.

ALMADA, B. S. **Influência da heterogeneidade de rejeitos de minério de ferro utilizados como adição mineral nas propriedades de microconcretos**. 2021. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2021.

ALMEIDA, F.C.R. **Avaliação do potencial de corrosão de armaduras em concretos com substituição parcial do agregado miúdo pela areia de cinza do bagaço da cana de açúcar - ACBC**. 2013. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Universidade Federal de São Carlos, 2013.

ALMEIDA, F. DO C. R.; SALES, A. Ação do meio ambiente sobre as estruturas de

concreto: efeitos e considerações para projeto. In: **Corrosão e Degradação em Estruturas de Concreto Armado**. 2. ed. Rio de Janeiro: ELSEVIER, 2018. p. 272.

ALMEIDA, J. *et al.* Cement-based mortars production applying mining residues treated with an electro-based technology and a thermal treatment: Technical and economic effects. **Construction and Building Materials**, v. 280, p. 122483, 2021.

ALVES, A. **Proposição de um modelo para a avaliação do ciclo de vida do nióbio**. 2015. Tese (Doutorado em Engenharia de Produção) - Universidade Metodista de Piracicaba, 2015.

ALVES, A. R.; COUTINHO, A. R. Life cycle assessment of niobium: A mining and production case study in Brazil. **Minerals Engineering**, v. 132, n. November 2018, p. 275–283, 2019.

ALVES, JORDANE G.S. **Análise da densidade de empacotamento de partículas de argamassas estruturais produzidas com rejeitos da mineração do nióbio**. 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso de Engenharia Civil) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2022.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE AND HIGHWAY TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO T 358**: Surface resistivity indication of concrete's ability to resist chloride ion penetration. Washington, DC, 2015.

AMERICAN ASSOCIATION OF STATE AND HIGHWAY TRANSPORTATION OFFICIALS. **AASHTO T 259-02**: Standard method of test for resistance of concrete to chloride ion penetration. Washington, DC, 2017.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI Committee 201**: Guide to Durable Concrete (ACI 201.2R-01). Farmington Hills, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C215-19**: Standard Test Method for Fundamental Transverse , Longitudinal , and Torsional Resonant Frequencies of Concrete Specimens. West Conshohocken, USA, 2008.

ANDRADE, M. B. **Estudo cristalográfico de minerais do grupo do pirocloro no Brasil**. 2017. Tese (Doutorado em Mineralogia e Petrologia) - Universidade de São Paulo, 2007.

ANTONIAZZI, J. P. *et al.* Incorporação de ar em argamassas estabilizadas: influência dos aditivos, agregados e tempo de mistura. **Ambiente Construído**, v. 20, n. 3, p. 285–304, 2020.

ARAÚJO, A. R. **A sustentável presença do nióbio**. Disponível em: <<https://ufmg.br/comunicacao/publicacoes/boletim/edicao/2067/a-sustentavel-presenca-do-niobio>>. Acesso em: 16 out. 2020.

AREL, H. Ş.; AYDIN, E.; KORE, S. D. Ageing management and life extension of concrete in nuclear power plants. **Powder Technology**, v. 321, p. 390–408, 2017.

ASLANI, F.; ASIF, Z. Properties of ambient-cured normal and heavyweight geopolymer concrete exposed to high temperatures. **Materials**, v. 12, n. 5, 2019.

ASLANI, F.; HAMIDI, F.; MA, Q. Fire performance of heavyweight self-compacting concrete and heavyweight high strength concrete. **Materials**, v. 12, n. 5, p. 1–24, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR NM 248:** Agregados - Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 10004:** Resíduos sólidos - Classificação. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13278:** Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado. Rio de Janeiro, 2005a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **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, 2005b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 9778:** Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro, 2005c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 7211:** **Agregados para concreto - Especificação.** Rio de Janeiro, 2009a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15900-1:** Água para amassamento do concreto Parte 1: Requisitos. Rio de Janeiro, 2009b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 9779:** Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 2012a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 9779:** Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água por capilaridade. Rio de Janeiro, 2012b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 9204: Concreto endurecido - Determinação da resistividade elétrico-volumétrica - Método de ensaio.** Rio de Janeiro, 2012c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6118:** Projeto de estruturas de concreto - Procedimento. Rio de Janeiro, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 8953:** Concreto para fins estruturais - Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro, 2015a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16372**: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro, 2015b.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 5738**: Concreto - Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2015d.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 13276**: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16605**: Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica. Rio de Janeiro, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16697**: Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, Brasil, 2018a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16607**: Cimento Portland - Determinação dos tempos de pega. Rio de Janeiro, 2018b.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16738**: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova prismáticos. Rio de Janeiro, 2019b.

BARBOSA, C. M. **Síntese e caracterização de eletrocatalisadores mistos de nióbio e tântalo dopados com Co, Cu e Ni a partir da Columbita/Tantalita**. 2017. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2017.

BASHEER, L.; KROPP, J.; CLELAND, D. J. Assessment of the durability of concrete from its permeation properties: A review. **Construction and Building Materials**, v. 15, n. 2–3, p. 93–103, 2011.

BEAUCOUR, A. L. *et al.* Influence of elevated temperature on properties of radiation shielding concrete with electric arc furnace slag as coarse aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 256, p. 119385, 2020.

BELAY, A. N. **Coordination chemistry of niobium(v) and tantalum(v) with hard o-donor ligands: a solution and solid state investigation**. 2018. Thesis (Doctor in Natural and Agricultural Sciences) - University of the Free State, 2018.

BERTOLINI, L. **Materiais de construção: patologia, reabilitação e prevenção**. São Paulo: Oficina de Textos, 2010.

BEULAH, M. *et al.* Mine Waste-Based Next Generation Bricks: A Case Study of Iron Ore Tailings, Red Mud and GGBS Utilization in Bricks. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2021, 2021.

BRASIL. **Lei nº 12.305, de 02 de Agosto de 2010**. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Brasília, DF: Presidência da República, [2010]. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm>. Acesso em: 24 out. 2020.

BRASIL. **Desempenho do setor mineral em 2020 supera expectativas**. Disponível em: <<https://www.gov.br/pt-br/noticias/financas-impuestos-e-gestao-publica/2021/02/desempenho-do-setor-mineral-em-2020-supera-expectativas>>. Acesso em: 4 jul. 2021.

BRASIL. Memorando de cooperação entre o governo da República Federativa do Brasil e o governo do Japão no campo de tecnologias relacionadas à produção e ao uso de nióbio e grafeno. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, p. 54, 4 fev. 2021. Disponível em: <<https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/memorando-de-cooperacao-entre-o-governo-da-republica-federativa-do-brasil-e-o-governo-do-japao-no-campo-de-tecnologias-relacionadas-a-producao-e-ao-uso-de-niobio-e-grafeno-302111869>>. Acesso em: 6 jul. 2021.

BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **BSI EN 206 Concrete** - Specification , performance , production and conformity. British Standard Institution, Londres, 2013.

CÂMARA, M. Y. DE F. **Estudo da durabilidade de concretos com utilização do cimento LC3**. 2020. Dissertação (Mestrado em Estruturas e Construção Civil) - Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, 2020.

CARASEK, H. *et al.* Sand parameters influencing the consistency and bulk density of renderings mortars. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 21, n. 3, p. 714–732, 2016.

CASCUDO, O. **O controle da corrosão de armaduras em concreto: inspeção e técnicas eletroquímicas**. 1 ed. São Paulo: Pini, 1999. 237 p.

CASTRO, A. L.; PANDOLFELLI, V. C. Revisão: conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil. **Cerâmica**, v. 55, n. 333, 2009.

CHI, J. M.; HUANG, R.; YANG, C. C. Effects of carbonation on mechanical properties and durability of concrete using accelerated testing method. **Journal of Marine Science and Technology**, v. 10, n. 1, p. 14–20, 2002.

CHINCHÓN-PAYÁ, S.; ANDRADE, C.; CHINCHÓN, S. Indicator of carbonation front in concrete as substitute to phenolphthalein. **Cement and Concrete Research**, v. 82, p. 87–91, 2016.

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR. **CNEN NN 3.01** - Diretrizes Básicas de Proteção Radiológica. Rio de Janeiro, 2005.

COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO (CBMM). **Nióbio - desenvolvimento tecnológico e liderança**. Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <<http://www.abc.org.br/IMG/pdf/doc-7006.pdf>>. Acesso em: 15 out. 2020.

CORREIA, L. C. **Avaliação da resistividade elétrica do concreto em função do uso de diferentes aditivos químicos**. 2019. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2019.

CUI, H. *et al.* Experimental study on effects of CO₂ concentrations on concrete carbonation and diffusion mechanisms. **Construction and Building Materials**, v. 93, p. 522–527, 2015.

CZARNECKI, L.; WOYCIECHOWSKI, P.; ADAMCZEWSKI, G. Risk of concrete carbonation with mineral industrial by-products. **KSCE Journal of Civil Engineering**, v. 22, n. 2, p. 755–764, 2018.

DA SILVA, M. R. C. *et al.* Valorization of kaolin mining waste from the Amazon region (Brazil) for the low-carbon cement production. **Case Studies in Construction Materials**, v. 15, n. September, 2021.

DAY, M. J.; STEIN, G. Chemical Measurement of Ionizing Radiations. **Nature**, v. 164, p. 671–672, 1949.

DEMIR; GÜMÜŞ, M.; GÖKÇE, H. S. Gamma ray and neutron shielding characteristics of polypropylene fiber-reinforced heavyweight concrete exposed to high temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 257, 2020.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRA-ESTRUTURA DE TRANSPORTES. **DNIT 412/2019 - ME: Pavimentação - Misturas asfálticas – Análise granulométrica de agregados graúdos e miúdos e misturas de agregados por peneiramento – Método de ensaio**. Brasília, 2019.

DRAGOMIROVÁ, J. *et al.* Optimization of cementitious composite for heavyweight concrete preparation using conduction calorimetry. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 142, n. 1, p. 255–266, 2020.

EL-SAMRAH, M. G.; ABDEL-RAHMAN, M. A. E.; EL SHAZLY, R. M. Effect of heating on physical, mechanical, and nuclear radiation shielding properties of modified concrete mixes. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 153, n. September, p. 104–110, 2018.

EL-SAMRAH, M. G.; ABDEL-RAHMAN, M. A. E.; KANY, A. M. I. Study Characteristics of New Concrete Mixes and their Mechanical, Physical, and Gamma Radiation Attenuation Features. **Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie**, v. 644, n. 2, p. 92–99, 2018.

EL-SAYED, T. A. Performance of heavy weight concrete incorporating recycled rice straw ash as radiation shielding material. **Progress in Nuclear Energy**, v. 135, n. February, p. 103693, 2021.

ENSSLIN, L. *et al.* **ProKnow-C, Knowledge Development Process-Constructivist**. Processo técnico com patente de registro pendente junto ao INPI. Brasil, 2010.

ELKEM Materials Mixture Analyser-EMMA. **ELKEM**, 2021. Disponível em: <https://www.elkem.com/silicon-products/refractories/emma/>. Acesso em: 05 jan. 2022.

FERNANDES, B. *et al.* Microstructure of concrete subjected to elevated temperatures: physico-chemical changes and analysis techniques. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 10, n. 4, p. 838–863, 2017.

G1. **Barragem da Vale se rompe em Brumadinho, MG**. Disponível em: <<https://g1.globo.com/mg/minas-gerais/noticia/2019/01/25/bombeiros-e-defesa-civil-sao-mobilizados-para-chamada-de-rompimento-de-barragem-em-brumadinho-na-grande-bh.ghtml>>. Acesso em: 25 jul. 2021.

GENCEL, O. Effect of elevated temperatures on mechanical properties of high-strength concrete containing varying proportions of hematite. **Fire and Materials**, v. 36, n. 3, p. 217–230, abr. 2012.

GOMES DA SILVA, A. G. S. **Estudo do comportamento eletroquímico do sistema Nióbio/Pentóxido de Nióbio (Nb/Nb₂O₅) sob carregamentos cíclicos de Hidrogênio**. 2015. Dissertação (Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Paraná, 2015.

GONZÁLEZ-ORTEGA, M. A. *et al.* Durability of concrete with electric arc furnace slag aggregate. **Construction and Building Materials**, v. 217, p. 543–556, 2019.

GREENHALGH, T. How to read a paper: Papers that summarise other papers (systematic reviews and meta-analyses). **BMJ**, v. 315, 1997.

GRILL, R.; GNADENBERGER, A. Niobium as mint metal: Production-properties-processing. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 24, n. 4, p. 275–282, 2006.

GUERRERO-PÉREZ, M. O. The fascinating effect of niobium as catalytic promoting agent. **Catalysis Today**, v. 354, n. April 2019, p. 19–25, 2020.

HABERT, G. *et al.* Environmental impacts and decarbonization strategies in the cement and concrete industries. **Nature Reviews Earth & Environment**, v. 1, n. 11, p. 559–573, 2020.

HEO, Y.; LEE, G.; LEE, G. Effect of elevated temperatures on chemical properties, microstructure and carbonation of cement paste. **Journal of Ceramic Processing Research**, v. 17, n. 6, p. 648–652, 2016.

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.

HORSZCZARUK, E. *et al.* The effect of elevated temperature on the properties of cement mortars containing nanosilica and heavyweight aggregates. **Construction and Building Materials**, v. 137, p. 420–431, 2017.

HORSZCZARUK, E. Properties of cement-based composites modified with magnetite nanoparticles: A review. **Materials**, v. 12, n. 2, 2019.

HORSZCZARUK, E.; BRZOZOWSKI, P. Investigation of gamma ray shielding efficiency and physicomechanical performances of heavyweight concrete subjected to high temperature. **Construction and Building Materials**, v. 195, p. 574–582, 2019.

HOU, T. C. *et al.* Effects of coarse aggregates on the electrical resistivity of Portland cement concrete. **Construction and Building Materials**, v. 133, p. 397–408, 2017.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). **As curiosidades sobre o nióbio**. Disponível em: <<https://ibram.org.br/noticia/as-curiosidades-sobre-o-niobio/>>. Acesso em: 13 jul. 2021.

ISSA FILHO, A.; RIFFEL, B. F.; SOUSA, C. A. DE F. Some aspects of the mineralogy of CBMM niobium deposit and mining and pyrochlore ore processing - Araxá, MG - Brazil. **Niobium, Science and Technology**, p. 53–65, 2001.

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

JASKULSKI, R. *et al.* Application of a non-stationary method in determination of the thermal properties of radiation shielding concrete with heavy and hydrous aggregate. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 130, p. 882–892, 2019.

JÓŹWIAK-NIEDŹWIEDZKA, D. *et al.* Alkali-silica reactivity of high density aggregates for radiation shielding concrete. **Materials**, v. 11, n. 11, 2018.

JÓŹWIAK-NIEDŹWIEDZKA, D. *et al.* Influence of slag cement on the permeability of concrete for biological shielding structures. **Energies**, v. 13, n. 17, 2020.

KAZMIERCZAK, C. DE S. **Contribuição para a análise da eficiência de películas aplicadas sobre estruturas de concreto armado com o objetivo de proteção contra a carbonatação**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - 1995. Universidade de São Paulo, 1995.

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

LEE, B. J. *et al.* 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**, v. 2015, n. 2, 2015.

LEMOS JUNIOR, M. **Estudos para avaliação da capacidade de reservatório de rejeitos de Nióbio**. 2012. Dissertação (Mestrado em Geotecnia) - Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, 2012.

LIU, Y.; LIN, P.; MA, J. Diffusion behavior of chloride ions in concrete box girder under the influence of load and carbonation. **Materials**, v. 13, n. 9, 2020.

LOPES, D. F. **Análise técnica da substituição parcial e total do agregado graúdo por estéril escalpado de mineração destinado à fabricação de concreto**. 2018. Dissertação (Mestrado em Gestão Organizacional) - Unidade Acadêmica Especial de Engenharia e Administração, Universidade Federal de Goiás, 2018.

LOPES, O. F. *et al.* Óxidos de nióbio: Uma visão sobre a síntese do Nb₂O₅ e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. **Química Nova**, v. 38, n. 1, p. 106–117, 2015.

MCPOLIN, D. O.; BASHEER, P. A.; 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, M. H. F. DE; ANDRADE, J. J. DE O.; HELENE, P. Durabilidade e Vida Útil das Estruturas de Concreto. In: IBRACON (Ed.). **Concreto: ciência e tecnologia**. São Paulo: IBRACON, v. 1p. 773–808, 2011.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: Microstructure, Properties, and Materials**. 3. ed. New York: The McGraw-Hill Companies, 2006.

MELFI, A. J. *et al.* **Recursos Minerais no Brasil: problemas e desafios**. Rio de Janeiro: Academia Brasileira de Ciências, 2016.

MILLER, S. A.; MOORE, F. C. Climate and health damages from global concrete production. **Nature Climate Change**, v. 10, n. 5, p. 439–443, 2020.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do Concreto**. 5. ed. São Paulo: PINI, 2016.

OLLIVIER, J. *et al.* (EDS.). **Durabilidade do Concreto: Bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente**. 1ª ed. São Paulo: IBRACON, 2014.

ORTEGA, F. DOS S. *et al.* Influência dos modelos de Alfred e de Andreasen sobre a microestrutura e densidade a verde de compactos cerâmicos obtidos por colagem ou prensagem. **Cerâmica**, v. 43, n. 283–284, p. 185–191, 1997.

PAUL, S. C. *et al.* An empirical model design for evaluation and estimation of carbonation depth in concrete. **Measurement: Journal of the International**

Measurement Confederation, v. 124, n. December 2017, p. 205–210, 2018.

PEREIRA JÚNIOR, R. F. **Nióbio**. Belo Horizonte, 2009. Disponível em: <http://antigo.anm.gov.br/portal/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/outras-publicacoes-1/3-3-niobio/@_@download/file/3.3 - Nióbio.pdf>. Acesso em: 10 out. 2010.

PEREIRA, K. C. D. **Estudo da exposição ocupacional a tântalo e radionuclídeos naturais**. 2006. Tese (Doutorado em Ciências Biológicas) - Instituto de Biofísica Carlos Chagas Filho, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2006.

PINTO, C. L. L. *et al.* Estudo de caso: principal polo produtor de fosfato e nióbio do país. **Recursos Minerais & Sustentabilidade Territorial**, p. 283–305, 2011.

PONTES, C. V. *et al.* Procedimento para detectar a penetração de cloretos com nitrato de prata em concreto carbonatado. **Revista ALCONPAT**, v. 11, n. 2, p. 76–88, 2021.

POSSAN, E. **Modelagem da carbonatação e previsão de vida útil de estruturas de concreto em ambiente urbano**. 2010. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.

PU, Q. *et al.* Evolution of pH and chemical composition of pore solution in carbonated concrete. **Construction and Building Materials**, v. 28, n. 1, p. 519–524, 2012.

RADU, L. *et al.* Concretes with gamma radiation shielding capacity for special construction applications. **Romanian Journal of Materials**, v. 47, n. 3, p. 322–327, 2017.

RASHID, R. S. M. *et al.* Effect of elevated temperature to radiation shielding of ultra-high performance concrete with silica sand or magnetite. **Construction and Building Materials**, v. 262, p. 120567, 2020.

RAYNER-CANHAM, G.; ZHENG, Z. Naming elements after scientists: An account of a controversy. **Foundations of Chemistry**, v. 10, n. 1, p. 13–18, 2008.

RIBEIRO, D. V. *et al.* **Corrosão em estruturas de concreto armado: teoria, controle e métodos de análise**. 1. ed. Rio de Janeiro: Elsevier Ltd, 2014.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 6 - Thermal strain. **Materials and Structures**, v. 30, p. 17–21, 1997.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 7: Transient Creep for service and accident conditions. **Materials and Structures**, v. 31, n. June, p. 290–295, 1998.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 4: Tensile strength for

service and accident conditions. **Materials and Structures**, v. 33, p. 219–223, 2000a.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 8: Steady-state creep and creep recovery for service and accident conditions. **Materials and Structures**, v. 33, n. 225, p. 6–13, 2000b.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 9 : Shrinkage for service and accident conditions. **Materials and Structures**, v. 33, n. May, p. 224–228, 2000c.

RILEM TC 129-MHT. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Modulus of elasticity for service and accident conditions. **Materials and Structures**, v. 37, n. 266, p. 139–144, 2004.

RILEM TC 200-HTC. Recommendations of RILEM TC 129-MHT: Test methods for mechanical properties of concrete at high temperatures. Part 10: Restraint stress. **Materials and Structures**, v. 38, n. 284, p. 913–919, 2005.

RILEM TC 200-HTC. Recommendation of RILEM TC 200-HTC: Mechanical concrete properties at high temperatures-modelling and application : Part 11: Relaxation. **Materials and Structures**, v. 40, n. 5, p. 449–458, 2007a.

RILEM TC 200-HTC. Recommendations of RILEM TC 200-HTC: mechanical concrete properties at high temperatures - modelling and applications: Part 1: Introduction - General presentation. **Materials and Structures**, v. 40, n. 9, p. 841–853, 2007b.

RILEM TC 200-HTC. Recommendation of RILEM TC 200-HTC: Mechanical concrete properties at high temperatures-modelling and applications: Part 2: Stress-strain relation. **Materials and Structures**, v. 40, n. 9, p. 855–864, 2007c.

RILEM. **Modelling of Concrete Behaviour at High Temperature**. Saclay: Springer, 2019.

RILEM. **Physical Properties and Behaviour of High-Performance Concrete at High Temperature**. Saclay: Springer, 2019.

RILEM TC56-MHM. **CPC-18: Measurement of hardened concrete carbonation depth**. Saclay: Springer, 1988.

ROMANO, R. C. O. **Incorporação de ar em materiais cimentícios aplicados em construção civil**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia) - Universidade de São Paulo, 2013.

SEVINÇ, A. H.; DURGUN, M. Y.; EKEN, M. A Taguchi approach for investigating the engineering properties of concretes incorporating barite, colemanite, basaltic pumice

and ground blast furnace slag. **Construction and Building Materials**, v. 135, p. 343–351, 2017.

SIKORA, P. *et al.* The effects of Fe₃O₄ and Fe₃O₄/SiO₂ nanoparticles on the mechanical properties of cement mortars exposed to elevated temperatures. **Construction and Building Materials**, v. 182, p. 441–450, 2018.

SIKORA, P. *et al.* Incorporation of magnetite powder as a cement additive for improving thermal resistance and gamma-ray shielding properties of cement-based composites. **Construction and Building Materials**, v. 204, p. 113–121, 2019.

SIKORA, P. The microstructural and thermal characteristics of silica nanoparticle-modified cement mortars after exposure to high temperatures. Part i. **Nanotechnologies in Construction**, v. 12, n. 2, p. 108–115, 2020a.

SIKORA, P. The microstructural and thermal characteristics of silica nanoparticle-modified cement mortars after exposure to high temperatures. Part ii. **Nanotechnologies in Construction**, v. 12, n. 3, p. 147–154, 2020b.

SILVA, A. P. *et al.* Designing particle sizing and packing for flowability and sintered mechanical strength. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 30, n. 14, p. 2955–2962, 2010.

SILVA, E. J. **Utilização do método de condutividade elétrica para análise da pozolanicidade da cinza do bagaço de cana de açúcar**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Federal de Pernambuco, 2016.

SILVA, G. C. DE M. **Impactos socioambientais da exploração de Nióbio: Araxá (MG)**. p. 93, 2019.

SINGH, N.; SINGH, S. P. Reviewing the Carbonation Resistance of Concrete. **Journal of Materials and Engineering Structures**, v. 3, p. 35–57, 2016.

SIQUEIRA, T. P. L. **Uso de finos de rocha granítica (FRG) e areia de britagem, produzidos na região metropolitana de Salvador (RMS), para a produção de concreto autoadensável**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal da Bahia, 2020.

TAUHATA, L. *et al.* **Radioproteção e dosimetria: Fundamentos**. 5. ed. Rio de Janeiro, 2003.

THEJAS, H. K.; HOSSINEY, N. Alkali-activated bricks made with mining waste iron ore tailings. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, n. February, p. e00973, 2022.

TORTOLANI, M. **IT LD 008 Determinação da consistência**, 2008.

UNITED STATES GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Mineral Commodity Summaries**. U.S Department OF The Interior, U.S Geological Survey. Washington:

2020. Disponível em: <<https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2020/mcs2020.pdf>>. Acesso em: 15 out. 2020.

VAILLANT, J. M. M. **Avaliação dos parâmetros de lixiviação de metais pesados em matriz de cimento Portland por meio da condutividade elétrica**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Universidade Federal de Santa Catarina, 2013.

VASCONCELOS, Y.; CHAVES, L. R. O polêmico nióbio. **Revista Pesquisa FAPESP**, Ano 20, n. 277. Rio de Janeiro, Academia Brasileira de Ciências, 2016. Disponível em: <<http://revistapesquisa.fapesp.br/2019/03/14/folheie-a-edicao-277/>>. Acesso em: 15 out. 2020.

WANG, G. *et al.* Study on the high-temperature behavior and rehydration characteristics of hardened cement paste. **Fire and Materials**, v. 39, n. 8, p. 741–750, dez. 2015.

WILLAM, K.; XI, Y.; NAUS, D. A Review of the Effects of Radiation on Microstructure and Properties of Concretes Used in Nuclear Power Plants. **U.S. Nuclear Regulatory Commission**, p. NUREG/CR-7171, 2013.

WISNIAK, J. Charles Hatchett: The discoverer of niobium. **Educacion Quimica**, v. 26, n. 4, p. 346–355, 2015.

YAO, W. *et al.* Thermal degradation of dynamic compressive strength for two mortars. **Construction and Building Materials**, v. 136, p. 139–152, 2017.

YE, H. *et al.* Influence of cracking on chloride diffusivity and moisture influential depth in concrete subjected to simulated environmental conditions. **Construction and Building Materials**, v. 47, p. 66–79, 2013.

YÜKSEL, S.; SIDDIQUE, R.; ÖZKAN, Ö. Influence of high temperature on the properties of concretes made with industrial by-products as fine aggregate replacement. **Construction and Building Materials**, v. 25, n. 2, p. 967–972, 2011.

ZALEGOWSKI, K. *et al.* Relation between microstructure, technical properties and neutron radiation shielding efficiency of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 235, p. 117389, 2020.

ZHOU, Y. *et al.* Carbonation-Induced and Chloride-Induced Corrosion in Reinforced Concrete Structures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 27, n. 9, p. 04014245, 2015.