

Universidade Federal de Ouro Preto

Escola de Minas
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil
PROPEC

Dissertação

**Ativação Alcalina do Rejeito
de Barragem de Minério de
Ferro com Adição de Sílica
Ativa**

Fernanda Pereira da Fonseca Elói

Ouro Preto
2019



UFOP



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL



Fernanda Pereira da Fonseca Elói

ATIVAÇÃO ALCALINA DO REJEITO DE BARRAGEM DE MINÉRIO DE FERRO
COM ADIÇÃO DE SÍLICA ATIVA

Ouro Preto

Agosto de 2020

UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO - ESCOLA DE MINAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

**ATIVACÃO ALCALINA DO REJEITO DE BARRAGEM DE MINÉRIO DE FERRO
COM ADIÇÃO DE SÍLICA ATIVA**

AUTOR: FERNANDA PEREIRA DA FONSECA ELÓI

ORIENTADOR:

Prof. Guilherme Jorge Brigolini Silva, D.S.c

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação do Departamento de Engenharia Civil da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Civil.

Ouro Preto, Agosto de 2020

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

E37a Elói, Fernanda Pereira da Fonseca .
Ativação alcalina do Rejeito de Barragem de Minério de Ferro com
adição de Sílica Ativa. [manuscrito] / Fernanda Pereira da Fonseca Elói. -
2020.
67 f.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme Jorge Brigolini Silva.
Coorientador: Prof. Dr. Keoma Defáveri do Carmo Silva.
Dissertação (Mestrado Acadêmico). Universidade Federal de Ouro
Preto. Departamento de Engenharia Civil. Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Civil.
Área de Concentração: Estruturas e Construção.

1. Barragens de rejeitos - Minérios de Ferro. 2. Polímeros - Sílica. 3.
Construção Civil. I. Silva, Guilherme Jorge Brigolini. II. Silva, Keoma
Defáveri do Carmo. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.

CDU 624.01

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB:1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
REITORIA
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL



FOLHA DE APROVAÇÃO

Fernanda Pereira da Fonseca Elói
Ativação Alcalina do Rejeito de Barragem de Minério de Ferro com Adição de Sílica Ativa

Membros da banca

Guilherme Jorge Brigolini Silva - doutor - UFOP
Jose Maria Franco de Carvalho - doutor - UFV
Leonardo Gonçalves Pedroti - doutor - UFV
Keoma Defáveri do Carmo e Silva - doutor - UFLA
Ricardo André Fiorotti Peixoto - doutor - UFOP

Versão final

Aprovado em 18 de agosto de 2020

De acordo

Professor (a) Orientador (a) Guilherme Jorge Brigolini Silva
coorientador Keoma Defáveri do Carmo e Silva



Documento assinado eletronicamente por **Guilherme Jorge Brigolini Silva, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 21/08/2020, às 16:35, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0076374** e o código CRC **FD0E702E**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.005907/2020-12

SEI nº 0076374

R. Diogo de Vasconcelos, 122, - Bairro Pilar Ouro Preto/MG, CEP 35400-000
Telefone: 3135591546 - www.ufop.br

AGRADECIMENTOS

À FAPEMIG, CAPES, CNPq e UFOP pelo apoio para a realização e apresentação deste trabalho. À infraestrutura e colaboração do Grupo de Pesquisa em Materiais Alcalinos Ativados ATIVE - CNPq e Grupo de Pesquisa em Resíduos Sólidos RECICLOS – CNPq.

RESUMO

Em 2017, a produção bruta de minério de ferro no Brasil foi de 585 milhões de toneladas, das quais 453 passaram por processos de beneficiamento, gerando grandes volumes de rejeito, que comumente são dispostos em barragens. Entre 1990 e 2010, ocorreram 33 acidentes com barragens no mundo, considerados graves ou muito graves. Por outro lado, o setor da construção civil cresce aceleradamente e a produção mundial de cimento, somente em 2016, gerou aproximadamente 2,2 bilhões de toneladas de CO₂. Assim, este trabalho propõe a produção de um aglomerante: uma possível alternativa aos cimentos convencionais, formados a partir de um ataque de soluções alcalinas a aluminossilicatos amorfos que dão origem a materiais conhecidos por possuírem altas resistências e boa durabilidade. Como precursor, empregou-se o rejeito de minério de ferro (IOT) e como adição, a sílica ativa (SF) nas porcentagens de 1.5, 2.25 e 5% sobre a massa do rejeito. A cura foi realizada por 2 dias à temperatura ambiente e posteriormente 3 dias em estufa à 100 °C. Aos 5 e 28 dias de idade, avaliou-se as características das matrizes por densidade aparente, resistência mecânica (tração na flexão e compressão), DRX e FTIR. Os maiores valores de adição de sílica ativa corresponderam à maior retração das pastas. A análise de variância ANOVA para a resistência à tração e compressão, mostrou que adições de sílica ativa maiores que 1,5% influenciaram o comportamento das pastas aos 5 e 28 dias de cura. Os resultados de DRX e FTIR sugerem uma dissolução parcial da goetita e do quartzo. Observou-se também a dissolução total da caulinita e da gibbsita e a formação de um uma zeólita: a sodalita. A quantificação do teor de amorfo pelo método de Rietveld e os resultados de FTIR sugerem a formação do gel NASH nas pastas tanto aos 5 e 28 dias de cura. Por fim, os resultados demonstraram ser possível a produção de um aglomerante a partir da ativação alcalina de rejeitos de barragem de minério de ferro com adição de sílica ativa, pelo método *one part*, sem ativação térmica ou mecanoquímica do precursor.

Palavras-chave: ativação alcalina, rejeito de barragem de minério de ferro, sílica ativa, construção civil.

ABSTRACT

The gross production of iron ore in Brazil in 2017 was 585 million tons, of which 453 passed through beneficiation processes. These processes generated large volumes of wastes, which are commonly deposited in dams. Between 1990 and 2010, there were 33 accidents with dams in the world, considered serious or very serious. On the other hand, the construction sector is growing rapidly. The world cement production, only in 2016, generated nearly 2.2 billion tons of CO₂. Thus, this search deals with the production of geopolymers: a possible alternative to the conventional cement, formed from an attack of alkaline solutions to amorphous aluminosilicates that originate high temperatures resistant and durable materials. As a precursor, employed iron ore tailings and as an addition, silica fume in 1.5, 2.25, and 5 percentages over IOT mass. The curing procedure was carried out for 2 days at room temperature and then 3 days in an oven at 100°C. At 5 and 28 days of age, apparent density matrices, mechanical resistance (tensile and compression tests), XRD, and FTIR were measured. The highest values of the addition of SF corresponded to the greatest shrinkage of the pastes. ANOVA analysis of variance for tensile and compression strength showed that additions of silica fume greater than 1.5% influenced the behavior of pastes at 5 and 28 days of curing. XRD and FTIR results suggest a partial dissolution of goethite and quartz. The total dissolution of kaolinite and gibbsite and the formation of sodalite zeolite was also observed. Amorphous content quantification by the Rietveld method and FTIR results suggest the formation of the NASH gel in the pastes both at 5 and 28 days of curing. Finally, the results demonstrated that it is possible to produce a binder from the alkaline activation of iron ore tailings with silica fume addition, by the one part method, without thermal or mechanochemical activation of the precursor.

Keywords: alkaline activation, iron ore tailings, silica fume, civil construction.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura dos Sialatos.....	18
Figura 2 - Estrutura de cimentos alcalinos.	19
Figura 3 - Mecanismo de Reação no Primeiro Estágio.	23
Figura 4- Mecanismo de Reação no Primeiro Estágio.	23
Figura 5 - Mecanismo de Reação no Segundo Estágio.	23
Figura 6 - Efeito do período de pré-cura.	25
Figura 7 - Metodologia	27
Figura 8 - Difratoograma SF.....	32
Figura 9 - Difratoograma - IOT	33
Figura 10 - Microscopia Eletrônica de Varredura - SF	34
Figura 11 - Microscopia Eletrônica de Varredura - IOT	35
Figura 12 - Distribuições Granulométricas IOT e SF	36
Figura 13 - FTIR SF	37
Figura 14 - FTIR IOT	38
Figura 15 - DRX das MAA's aos 5 dias	39
Figura 16 - DRX das MAA's aos 28 dias	39
Figura 17 - Quantitativo de Fases	40
Figura 18 - Teor de Sodalita aos 5 e 28 dias.....	41
Figura 19 - Teor de Amorfo aos 5 e 28 dias.....	42
Figura 20 - FTIR das MAA's aos 28 dias.....	43
Figura 21 - FTIR das MAA's de 600 a 1800cm ⁻¹	45
Figura 22 - Volumes das MAA's aos 5 e 28 dias.....	46
Figura 23 - Densidade Aparente das MAA's aos 5 e 28 dias	47
Figura 24 - Resistência à tração na flexão aos 5 e 28 dias.....	48
Figura 25 - Resistência à compressão aos 5 e 28 dias.....	49
Figura 26 - Resistência à compressão x densidade aparente (5 dias).....	51
Figura 27 - Resistência à compressão x densidade aparente (28 dias).....	51
Figura 28 - Resistência à compressão x teor de sodalita x teor de amorfo (5 dias) ..	52
Figura 29 - Resistência à compressão x teor de sodalita x teor de amorfo (28 dias)	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química de precursores.....	20
Tabela 2 - Traços e dosagens selecionados.....	29
Tabela 3 - Caracterização química.....	31
Tabela 4 - Relações $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	31
Tabela 5 - Quantitativo de fases.....	34

LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANM	Anuário Mineral Brasileiro
MAA's	Matrizes Alcalinamente Ativadas
DNPM	Departamento Nacional de Produção Mineral
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de <i>Fourier</i>
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IBRAM	Instituto Brasileiro de Mineração
PIB	Produto Interno Bruto
IOT	<i>Iron Ore Tailing</i> (Rejeito de Barragem de Minério de Ferro)
SF	<i>Silica Fume</i> (Sílica Ativa)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
2.1	Minério de ferro	15
2.2	Sílica Ativa	16
2.3	Matrizes Alcalinamente Ativadas (MAA's)	17
2.3.1	Produção de matrizes álcali-ativadas	20
2.3.2	MAA's com baixo teor de cálcio	21
2.3.3	Fatores que influenciam os produtos de reação.....	24
3	OBJETIVOS	26
3.1	Objetivos específicos	26
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	27
4.1	Obtenção dos precursores e programa de caracterização.....	27
4.2	Produção e condições de cura	29
4.3	Caracterização das misturas.....	29
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	31
5.1	Caracterização dos precursores	31
5.2	Caracterização microestrutural das MAA's	38
5.3	Caracterização física das MAA's	45
5.4	Desempenho mecânico das MAA's.....	47
6	CONCLUSÕES	55
7	REFERÊNCIAS.....	56

1 INTRODUÇÃO

A produção mundial de cimento Portland, somente em 2016, gerou aproximadamente 2,2 bilhões de toneladas de CO₂. Além disso, a produção do cimento Portland é responsável ainda por uma significativa exploração de recursos naturais, em especial, no que se refere a pedreiras de calcário. Para a produção de 2,0 bilhões de toneladas de Cimento Portland, são consumidas cerca de 3,0 bilhões de toneladas de matéria prima, sendo 70% somente o calcário (PROVIS e DEVENTER, 2009).

Por outro lado, a disposição de rejeitos de mineração em barragens, é responsável por sérios problemas sociais e ambientais. Entre os anos de 1990 e 2010, ocorreram 33 acidentes considerados graves ou muito graves no mundo. Segundo a *Bowker Associates Science & Research In The Public Interest* (2015), entre 1955 e 1965 os vazamentos de rejeitos de barragem totalizaram 6 milhões de m³. Já entre 2005 e 2015 foram 107 milhões de m³.

Desta forma, torna-se necessário o desenvolvimento de novas tecnologias que diminuam os impactos causados na produção de cimento Portland e na disposição de rejeitos em barragens. Os cimentos alcalinamente ativados vêm sendo estudados há algum tempo como uma possível alternativa para a mitigação destes impactos (PROVIS e DEVENTER, 2009; DUXSON *et al.*, 2007; PALOMO *et al.*, 1999; WANG e SCRIVENER, 1995; GLUKHOVSKY, 1994; WU *et al.*, 1983). Estes cimentos são obtidos a partir de um ataque de soluções alcalinas a aluminossilicatos amorfos, originando materiais conhecidos por possuírem altas resistências e boa durabilidade. Os óxidos de silício e alumínio presentes no precursor reagem com a solução alcalina, formando ligações poliméricas Si-O-Al, denominadas poli-sialatos. (NG *et al.*, 2018). Os geopolímeros são uma subclasse dos cimentos alcalinamente ativados, tendo a formação do gel de aluminossilicato alcalino de sódio hidratado (N-A-S-H) como a característica que assim os define (PROVIS e DEVENTER, 2009).

É comum a utilização de cinzas volantes, escórias, metacaulim e lama vermelha como precursores na produção de cimentos alcalinamente ativados. (ZHANG *et al.*, 2020; BAJPAI *et al.*, 2020; DING *et al.*, 2020; GÖKÇE *et al.*, 2020; KATPADY *et al.*, 2020; ÖZCAN e KARAKOÇ, 2019; HASNAOUI *et al.*, 2019; ROSTAMI e BEHFARNIA, 2016; JAYA *et al.*, 2020; GUO *et al.*, 2020; LIANG *et al.*, 2019; YE, 2016; HU *et al.*, 2018; HERTEL e PONTIKES, 2020; LI *et al.*, 2019).

Existem, no entanto, poucas pesquisas com o emprego de rejeitos da mineração do ferro como precursor. Por nem sempre possuírem o teor adequado de sílica em sua composição ou ainda pela sílica estar organizada em estruturas cristalinas, estes rejeitos de mineração comumente necessitam de uma fonte adicional de sílica amorfa. Defáveri *et al.*, (2019) produziram materiais alcalinos ativados a partir do rejeito de barragem de minério de ferro e adição de lã de vidro e alcançaram mais de 100 MPa de resistência à compressão. Duan *et al.*, (2015) produziram pastas feitas de cinzas volantes com adição de rejeito de minério de ferro e atingiram cerca de 50 MPa de resistência à compressão.

Quanto ao projeto de mistura na produção de cimentos alcalinamente ativados, a metodologia “*one-part*” vem sendo aprimorada. Nela, o ativador alcalino e o precursor sólidos são inicialmente misturados, bastando apenas adicionar água ao final do processo (Ye, 2016). Neste método de mistura, é comum que inicialmente o precursor seja submetido a ativação mecanoquímica e/ou térmica. Estes processos modificam as propriedades físicas, químicas, estruturais ou de superfície dos materiais, tornando-os mais reativos (BALCZÁR *et al.*, 2016).

Em busca de contribuir no conhecimento de matrizes alcalinamente ativadas produzidas com rejeito de barragem de minério de ferro, esta pesquisa propõe a produção de pastas pelo método “*one part*”, com utilização do rejeito de barragem minério de ferro como precursor e adição de sílica ativa, sem a ativação térmica ou mecanoquímica do precursor.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Minério de ferro

Devido à sua grande diversidade geológica e extensão territorial, o Brasil é um dos países que se destacam no que diz respeito às reservas e produções minerais (SOUZA, 2017). Segundo dados do IBGE, a indústria extrativa constitui 3,7% do PIB brasileiro, aquecendo a economia e também contribuindo para a geração de empregos. Em 2018, o rol de minerais exportados pelo Brasil atingiu um volume de 409,0 milhões de toneladas, onde o minério de ferro compõe 68% deste montante (IBRAM, 2018).

Para que o minério de ferro possa ser exportado, é necessário um processo de beneficiamento, que consiste, segundo o DNPM (2001), em um tratamento industrial responsável por preparar granulometricamente, concentrar ou purificar minérios através de métodos químicos ou físicos, sem alterar a composição química dos mesmos. A ANM (2018), revela que a produção bruta de minério de ferro em todo o Brasil em 2017 foi de 585,0 milhões de toneladas, das quais 453,0 passaram por processos de beneficiamento. Durante este processo, são gerados os rejeitos da mineração, subprodutos de teor baixo do mineral processado, que usualmente são depositados em barragens (SOUZA, 2017).

Segundo Wolff (2009), o tipo do processo industrial utilizado no beneficiamento, bem como os procedimentos de moagem, tipo de minério e água do efluente, serão responsáveis por definir as propriedades físicas e químicas das lamas de rejeito geradas. A análise química de amostras de lamas de rejeito de diferentes barragens de mineração pelo método de Espectroscopia de Plasma (ICP) mostraram uma presença considerável de ferro (variando entre 44,0 e 64,0% para as diferentes amostras) e também teores de alumínio (0,0 e 3,0%) e manganês (0,2 a 4,6%). Já as análises mineralógicas, através do método de Difração de Raios X, indicaram a presença de hematita (Fe_2O_3), goetita ($\text{FeO}(\text{OH})$), quartzo (SiO_2), moscovita ($\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$), magnetita (Fe_3O_4), caulinita ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$) e talco ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) (WOLFF, 2009). Segundo Hernandez et al., (2005), os rejeitos de barragem de minério de ferro possuem, em geral, de 30,0 a 50,0% de sólidos (em massa) e suas partículas são basicamente finas, com valores abaixo de $10\mu\text{m}$.

O DNPM, elenca no Cadastro Nacional de Barragens de Mineração as barragens de mineração brasileiras, classificando-as quanto ao dano potencial e ao risco, que se referem a possíveis acontecimentos em caso de rompimento, mau funcionamento e a circunstâncias que possam influir na ocorrência de acidentes, respectivamente. No Brasil, quase 200 barragens de mineração têm potencial de dano alto e 58 barragens estão inclusas nas categorias de médio ou alto risco. Destas 58 barragens de médio ou alto risco, 16 possuem alto dano potencial associado (DNPM, 2016). O relatório “*Mine Tailings Storage: Safety Is No Accident*”, da Agência de Meio Ambiente das Nações Unidas, listou os maiores rompimentos de barragens ocorridos no mundo desde 1985 na qual incluem-se oito grandes rompimentos ocorridos nos últimos cinco anos. O Brasil é o país com maior número de acidentes e, desde 2014, três deles provocaram perdas humanas e graves danos ambientais. No rompimento da barragem da Herculano Mineração, em Itabirito (MG) em 2014 foram registradas três mortes; o vazamento na barragem do Fundão, em Mariana (MG) em 2015 registrou 19 mortes; e em Brumadinho (MG) em 2019 foram 249 mortes e 21 pessoas desaparecidas ou sem identificação (ROCHE *et al.*, 2017).

Desta forma, visando a reinserção do rejeito de barragem de minério de ferro na cadeia produtiva e a consequente mitigação de impactos, diversas formas de reaproveitamento vêm sendo propostas e estudadas recentemente. As pesquisas abrangem tanto a aplicação no setor construtivo (como argamassas de assentamento e revestimento, tintas, ladrilhos hidráulicos, tijolos) quanto em áreas como agricultura e tratamento de efluentes (JING *et al.*, 2009); (LEI *et al.*, 2019) (BEDI *et al.*, 2018); (MENDES *et al.*, 2019); FREITAS e BREDE, 2018; FONTES *et al.*, 2019; GALVÃO *et al.*, 2018).

2.2 Sílica Ativa

Durante a produção de silício metálico, ligas de ferro-silício ou outros produtos silicosos, é gerado um subproduto industrial a partir do quartzo de elevada pureza e carvão em fornos de arco elétrico, a temperaturas de aproximadamente 2000° C, denominado sílica ativa (HOFFMANN, 2001).

Aïtcin (1990), Malhotra *et al.*, (2005) e Mehta (1994) mostram que a sílica ativa é basicamente amorfa, caracterizada por possuir elevada área superficial específica e, normalmente, por possuir partículas em formato esférico. Devido a estas propriedades, foi estudada em alguns trabalhos como adição a concretos de cimento

Portland com o objetivo de promover o efeito *filler*, aumentar a quantidade de pontos de nucleação, tornar misturas mais coesivas, entre outros (HOFFMANN, 2001).

Em pesquisas acerca de matrizes alcalinamente ativadas, a sílica ativa vem sendo empregada tanto como precursora como adição. Como os precursores alternativos (como rejeitos de mineração) nem sempre possuem o teor desejado de sílica para o desenvolvimento das reações da ativação alcalina ou ainda porque grande parte da sílica contida nos mesmos está organizada em estruturas cristalinas, a sílica ativa vem sendo utilizada como uma fonte adicional de sílica amorfa. Rostami *et al.*, (2016) estudaram os efeitos da substituição de 5, 10 e 15% de escória por sílica ativa em concretos alcalinamente ativados e demonstraram que a resistência à compressão aumenta com o aumento da taxa de substituição aos 28 e aos 90 dias. Concluíram ainda que a sílica ativa reduz a absorção inicial e final de água e a porosidade e permeabilidade dos concretos álcali-ativados. Khater *et al.*, (2013) estudaram o efeito da sílica ativa na caracterização de materiais alcalinamente ativados de metacaulim e resíduos de concreto de cimento Portland com diferentes porcentagens de adição de sílica ativa e concluíram que a adição em até 7% contribui para a formação de matrizes mais bem refinadas e compactas. Porém, adições maiores que estas, levaram a um decréscimo das características mecânicas dos compósitos. Dutta (2010) obteve bons resultados ao analisar os efeitos da adição de 2,5% a 5% de sílica ativa na porosidade de argamassas de cinzas volantes alcalinamente ativadas. Os resultados mostram que a adição de sílica ativa melhorou a porosidade total, aumentou os valores de resistência à compressão e diminuiu os valores de absorção de água.

Ye (2016) também analisou os efeitos da adição de sílica ativa em pastas geopoliméricas de lama vermelha e concluiu que esta adição aumenta a estabilidade a longo prazo dos compósitos produzidos. Ele concluiu que as adições da faixa de 20 a 30% de sílica ativa foram as formulações que apresentaram as melhores resistências à compressão.

2.3 Matrizes Alcalinamente Ativadas (MAA's)

As MAA's são estruturas originadas de um ataque alcalino a aluminossilicatos amorfos (TORGAL *et al.*, 2015). É possível defini-las, em geral, como um material sólido e estável formado pela ativação de um precursor (geralmente em pó, finamente

particulado) provocada por um hidróxido ou silicato alcalino (PROVIS e DEVENTER, 2009).

A princípio, é importante ressaltar que as MAA's formam uma classe complexa de materiais e as representações esquemáticas destas são apenas uma visão indicativa dos seus aspectos estruturais que, na realidade, são muito mais complexos. Isto porque, estas compõem-se de uma fase gel desordenada, na qual estão conchavadas partículas sólidas do precursor ainda não reagidas. Além disso, a rede de poros detém água da mistura, e distintivamente à géis de C-S-H, nos géis de MAA's, ela não é sempre parte integral da estrutura química do composto (Provis & Deventer, 2009). A microestrutura amorfa é composta por uma rede tridimensional, em geral, do tipo poli (sialato), poli (sialato-siloxo) e poli (sialato-disiloxo), conforme representado na Figura 1.

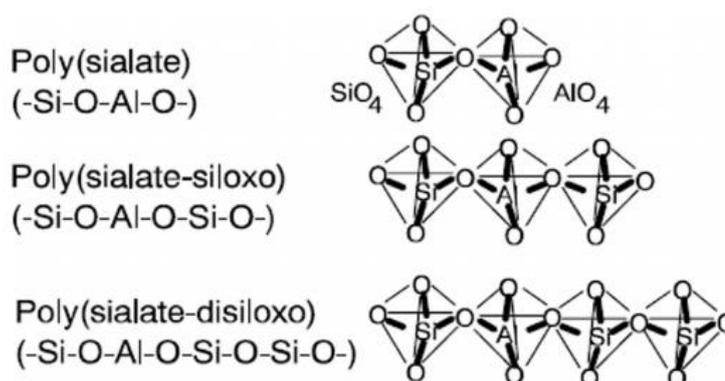


Figura 1 - Estrutura dos Sialatos. Fonte: Ng, Alengaram, et al., (2018)

O termo sialato é uma abreviação que representa silício-oxo-aluminato, que são redes compostas por silicatos (SiO_4) e aluminatos (AlO_4) conectadas por um átomo de oxigênio compartilhado. Haja vista a carga negativa do Al^{3+} , a solução alcalina fornece íons positivos necessários para o balanceamento da estrutura (Ng, et al., 2018).

Devido à forma de estrutura desordenada e também à dificuldade de se representar um sistema tridimensional em duas dimensões, ainda é complexa a representação química esquemática destes compostos. Um bom modelo é o proposto por Rowles *et al.*, (2007), explicitado na Figura 2.

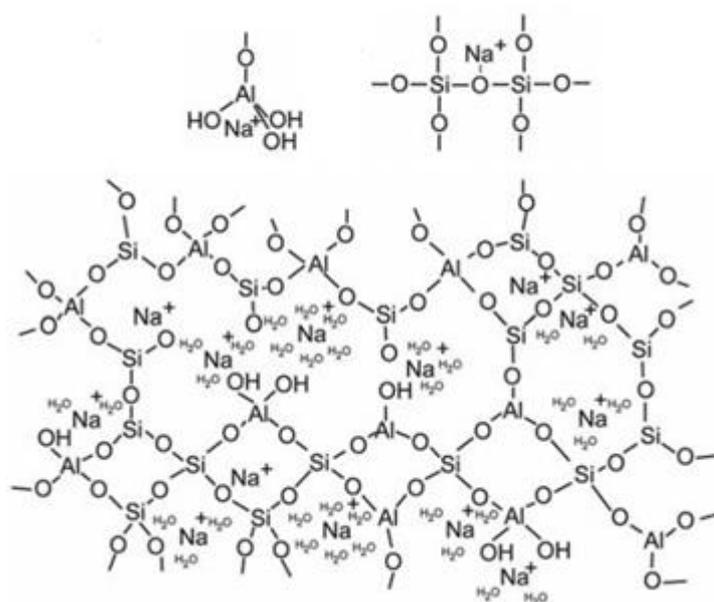


Figura 2 - Estrutura de cimentos alcalinos. Fonte: Rowles *et al.*, (2007)

No entanto, o que pode ser afirmado com confiança é que, em escalas nanométricas e de comprimento atômicos, os géis de MAA's exibem semelhanças estruturais com materiais conhecidos como zeolíticos (PROVIS e DEVENTER, 2009). É possível estabelecer uma analogia aos géis de CSH: estes são semelhantes em suas características nanoestruturais a minerais como a tobermorita e a jenita, mas por não serem ordenados a longo alcance, aparecem amorfos e torna-se complicado analisá-los em determinadas técnicas, como por exemplo a Difração de Raios X (Richardson, 2007). Assim também acontece com o gel das MAA's: compartilham de características nanoestruturais das zeólitas, mas não possuem ordem cristalina de longo alcance. As particularidades das estruturas locais, ou seja, a qual zeólita o gel de MAA's mais se assemelha, são determinadas em geral pela relação de Si/Al presente no precursor e também pela natureza do cátion alcalino (PROVIS E DEVENTER, 2009).

Finalmente, estudos demonstram o bom desempenho de MAA's, em relação a resistência à compressão, resistência a ácidos e baixa retração. (Ng, et al., 2018). Sedira *et al.*, (2017) mostraram que resíduos minerais, produtos de incineração e lodos de tratamento de água vêm sendo utilizados como precursores na produção de materiais alcalinamente ativados. A Tabela 1 apresenta a composição química de alguns destes materiais:

Tabela 1 - Composição química de precursores. Fonte: Adaptado de Sedira *et al.*, (2017)

Tipos de Rejeito		Composição química									Referências	
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	MnO	CaO	Ti ₂ O	K ₂ O	MgO		
Rejeitos de processamento mineral	Ganga de carvão	39,10	31,06	9,48	0,16		0,38	0,98	0,26	0,24	(Cao et al.,2016)	
	Rejeitos de Minas	Minério de ferro	34,70	16,22	12,30	0,54	0,13	7,63	0,30	1,52	8,92	(Duan et al.,2016)
		Ouro	64,80	7,08	4,33	0,90		7,52		3,26	4,06	(Ahmari & Zhang,2013)
		Tungstênio	53,50	16,66	12,30	0,62			1,39	7,65	1,27	(Pacheco-Torgal et al.,2018)
		Minério de Cromita	6,46	8,15	19,52	2,85	0,46	34,27	0,22		13,64	(Sun et al.,2014)
		Vanádio	64,20	10,27	4,98	5,27		4,46		2,06		(Jiao et al.,2013)
Lama Vermelha	20,38	24,50	9,48	11,46		12,86	2,92	0,88	1,00	(Ye et al.,2016)		
Cinzas de Incineração		32,75	8,57	10,02	2,87	0,15	29,06	1,57	1,24	1,75	(Chen et al.,2016)	
Cinzas de Combustível de Óleo de Palma		61,33	7,20	5,10	0,12	0,10	8,20	0,25	6,50	4,69	(Mijarsh et al.,2014)	
Lodo resultante do tratamento de água		59,00	24,64	6,63	4,08		0,69	0,88	1,54	1,14	(Nimwinya et al.,2016)	
Lã de Rocha		42,00	16,60	11,30	1,60		14,70	0,90	0,50	12,20	(Kinnunen et al.,2016)	
Cerâmica	Tijolo de argila vermelha	50,95	16,92	6,68	0,55		9,92		4,33	5,62	(Reig et al.,2013)	
	Grés porcelanato	71,35	19,37	6,68	4,68		0,51		1,73	0,59	(Reig et al.,2013)	

Os precursores comumente utilizados para a produção de MAA's possuem, em geral, baixos teores de ferro em suas composições. Entretanto, resíduos da mineração do ferro, como o rejeito de barragem de minério de ferro, podem conter altas porcentagens deste composto. Hu *et al.*, (2018), estudaram o papel de espécies do Fe em um geopolímero baseado em lama vermelha rica em ferro e concluíram, através da análise de Espectros de Mössbauer, que o Fe³⁺ tetraédrico atuou substituindo parcialmente o Al³⁺ na estrutura do aluminossilicato octaédrico do geopolímero. Lemougna *et al.*, (2013), também empregando Espectros de Mössbauer, em geopolímeros de cinzas vulcânicas ativadas com NaOH, observaram a incorporação de ferro na rede da estrutura geopolimérica. Ambos estudos contrariam estudos que indicavam o ferro como um elemento prejudicial à formação das matrizes geopoliméricas.

2.3.1 Produção de matrizes álcali-ativadas

As metodologias que visam a aplicabilidade das MAA's na construção civil vêm sendo discutidas frequentemente. Samarakoon *et al.*, (2019) ponderaram avanços recentes em parâmetros importantes neste sentido, como propriedades reológicas, mecânicas, microestruturais e relacionadas a durabilidade.

Ainda assim, somente através de um perfeito entendimento da ciência destes materiais será possível utilizá-los em aplicações específicas. Para tanto, é necessário entender a estrutura das MAA's de modo suficiente a explicar as suas propriedades e porque se espera que eles sejam duráveis. Além disso, é necessário que suas propriedades possam ser adaptadas a um *design* de mistura ideal (PROVIS e DEVENTER, 2009).

Pensando na aplicação de MAA's no setor construtivo, surge o método “*one-part*” ou “*just add water*” no projeto de mistura de MAA's, que funciona de maneira oposta ao método “*two part*”, no qual é produzida uma solução alcalina de altas molaridades que é adicionada ao precursor sólido. No método “*one part*” o ativador alcalino sólido é misturado ao precursor sólido, formando um material seco, e bastando apenas adicionar água ao final do processo para obter as propriedades aglomerantes (Ye, 2016). A metodologia “*one part*” procura assim solucionar os principais problemas das misturas “*two part*”, como a inconveniência de lidar com soluções cáusticas, a baixa trabalhabilidade, o comprometimento do controle de qualidade e problemas de eflorescência, aproximando o método de mistura das MAA's dos cimentos Portland (YE, 2016; PROVIS e DEVENTER, 2009).

Em geral, nos processos de mistura “*one part*”, inicialmente o precursor sólido é submetido a ativação mecanoquímica (moagem à seco do precursor e ativador sólidos) e/ou térmica (calcinação do precursor), melhorando as propriedades dos materiais e tornando-os mais reativos (BALCZÁR *et al.*, 2016). Ye (2016) estudou geopolímeros de lama vermelha com adições de 0 a 30% de sílica ativa moldados através da metodologia *one-part*. Para tanto, inicialmente a lama vermelha passou por um processo de ativação alcalina térmica, na qual foi misturada aos *pellets* de NaOH e depois calcinados a 800 °C por 1 hora em um forno mufla. Após o resfriamento, a mistura térmica álcali-ativada foi cominuída por 3 minutos para passar pela peneira de malha 0,3 mm. Posteriormente, o material foi homogeneizado com a sílica ativa e em seguida com água. O estudo atingiu resistências à compressão de aproximadamente 30 MPa aos 28 dias, com uma relação água/sólidos de 0,45. Matalkah *et al.*, (2017), estudaram a ativação mecanoquímica de cinzas volantes para a produção de matrizes álcali-ativadas pelo método “*one-part*”. Os materiais foram moídos em moinho de bolas por 2 horas, e as propriedades químicas, físicas e microestruturais foram avaliadas. Os concretos produzidos com os materiais mecanoquimicamente ativados atingiram até 35 MPa de resistência à compressão.

2.3.2 MAA's com baixo teor de cálcio

Uma vasta gama de precursores vem sendo utilizada na produção das MAA's, podendo ser tanto materiais de origem natural como argilas e feldspatos, quanto de origem industrial como escórias, rejeitos da mineração, cinzas volantes, etc. As características dos materiais precursores, bem como o tipo de ativador alcalino e o

tempo e temperatura de cura, influenciarão diretamente as características do composto final produzido (PROVIS e DEVENTER, 2009; TORGAL *et al.*, 2015).

Neste aspecto, os materiais alcalinamente ativados são classificados em dois grandes grupos no que diz respeito à composição básica do precursor: sistemas com alto teor de cálcio e sistemas com baixo teor de cálcio. Respectivamente, os modelos básicos para estes sistemas são dados por:

- $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$
- $(\text{Na,K})_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$

O primeiro grupo está relacionado a materiais precursores ricos em cálcio, silicatos e aluminatos (como escórias de alto forno) e necessitam condições alcalinas relativamente baixas para a ativação. O principal produto de reação formado em cimentos alcalinos com baixo teor de cálcio é o gel C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado), similar ao C-S-H, mas com adição de alumínio em sua estrutura (TORGAL *et al.*, 2015). O segundo sistema abrange precursores pobres em cálcio (como o metacaulim, cinzas volantes tipo F e o rejeito de barragem de minério de ferro). Neste grupo, em geral são necessárias condições mais agressivas para que ocorra o início das reações, como uma maior concentração do ativador alcalino e uma temperatura de cura mais elevada. Neste grupo, o principal produto de reação formado é o N-A-S-H (aluminossilicato de sódio hidratado) (TORGAL *et al.*, 2015).

O mecanismo de reação dos sistemas de baixo teor de cálcio ocorre em três estágios:

1- No primeiro estágio, denominado “destruição-coagulação”, os íons OH⁻ (hidroxilas) redistribuem sua densidade eletrônica ao redor dos átomos de silício, começando então a enfraquecer as ligações Si-O-Si e tornando-as passíveis à ruptura. Assim, formam-se os silanois (–Si-OH) e os silatos (–Si-O–). A carga negativa é balanceada pela carga positiva do cátion alcalino e a formação de ligações Si-O-Na⁺ impedem que estes sejam revertidos a siloxanos (Si-O-Si). O esquema simplificado é representado na Figura 3. As ligações Si-O-Al são afetadas da mesma maneira pelas hidroxilas, conforme ilustra a Figura 4.

2.3.3 Fatores que influenciam os produtos de reação

De acordo com Provis e Deventer (2009), a composição dos produtos de reação formados está diretamente ligada à composição química e mineralógica do precursor utilizado, ao tipo de ativador alcalino às condições de cura e temperatura e à distribuição de partículas dos precursores. Em geral, na ativação alcalina de sistemas com baixo teor de cálcio, forma-se um produto principal (o gel N-A-S-H) e produtos secundários (zeólitas como hidroxisodalita, zeólita-P, Na-chabasita, zeólita Y, faujasita). Nota-se ainda que, normalmente, produtos ricos em sílica são formados quando os materiais são submetidos a tempos de cura prolongados (TORGAL *et al.*, 2015).

A relação Si/Al também exerce influência na cinética química e na determinação dos produtos de reação formados. Rozek *et al.*, (2019) mostraram como a relação Si/Al afeta a formação de zeólitas em matrizes alcalinamente ativadas. Eles notaram que em relações Si/Al de 1,5-4,0 utilizando a sílica ativa como fonte adicional de sílica, não foi possível observar a presença de zeólitas, sugerindo que estas têm maior probabilidade de surgir quando o teor de alumínio é maior, ou seja, em menores relações Si/Al. Demonstraram ainda que relações Si/Al um pouco maiores que 1, propiciam a formação da faujasita $(\text{Na}_2, \text{Ca}, \text{Mg})_{3.5}[\text{Al}_7\text{Si}_{17}\text{O}_{48}] \cdot 32(\text{H}_2\text{O})$.

Os ativadores alcalinos também influenciam os produtos finais das matrizes alcalinamente ativadas. Em geral, os aluminossilicatos são ativados por hidróxidos ou silicatos alcalinos sob pH's elevados. O hidróxido alcalino mais comumente utilizado é o NaOH por ser o mais barato e por ser bastante disponível. O uso deste precursor é conhecido por levar a formação de estruturas zeolíticas, principalmente quando submetido à longos períodos de cura úmida ou curtos períodos a elevadas temperaturas. Entretanto, concentrações muito elevadas desde ativador costumam gerar eflorescência nas matrizes produzidas, devido a reação do excesso de álcalis com o gás carbônico do ar (PROVIS e DEVENTER, 2009).

Além da relação Si/Al e da origem do ativador alcalino, a temperatura desempenha uma função importante no comportamento de matrizes das MAA's. Segundo Torgal *et al.*, (2015), em sistemas com baixo teor de CaO, condições mais agressivas são necessárias para iniciar as reações (como maior concentração alcalina e temperaturas de cura de 60 a 200°C). Kaze *et al.*, (2018) ao estudarem geopolímeros baseados em aluminossilicatos ricos em ferro com adição de cinza de

casca de arroz curados à temperatura ambiente e a 90°C, mostraram que a resistência à flexão aumentou de 12 MPa em cura à temperatura ambiente para 40 MPa em cura à 90 ° C, devido à intensa formação de ferrissilicatos.

Em relação à distribuição de partículas, Duan (2016) atingiu 50 MPa aos 28 dias utilizando cinzas volantes com D90 igual a 25.48 µm como precursor e com 20% de substituição por rejeito de minério de ferro com D90 igual a 17.48 µm. Mucsi (2015) comprovou a importância do processo de moagem de cinzas volantes, causando aumento da área superficial específica e melhorando os resultados de resistência à compressão, tanto devido ao aumento da reatividade das partículas quanto ao efeito de preenchimento das frações finas. Temuujin (2009) mostrou que a ativação mecânica de cinzas volantes provocou um aumento de 80% na resistência à compressão dos geopolímeros produzidos, atribuindo este ganho à diminuição do tamanho das partículas e mudança na morfologia, aumentando a taxa de dissolução das cinzas.

Provis e Deventer (2009) mostraram o efeito de uma pré-cura de geopolímeros de escória e caulinita, conforme mostra a Figura 6. Após a moldagem, as pastas foram mantidas em temperatura ambiente por 0, 2 e 4 dias. Posteriormente, foram aquecidas por 24 horas nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C e depois mantidos por 28 dias a temperatura ambiente até a ruptura. É visto que a resistência à compressão aumenta entre 48 e 88% (dependendo da faixa de temperatura analisada) quando as pastas são pré-curadas por 2 dias. Não há melhora significativa quando se compara a pré-cura por 2 e 4 dias. Se as pastas são aquecidas imediatamente, grande parte da água pode evaporar fácil e rapidamente e acabar não participando das reações que envolvem o desenvolvimento de resistência.

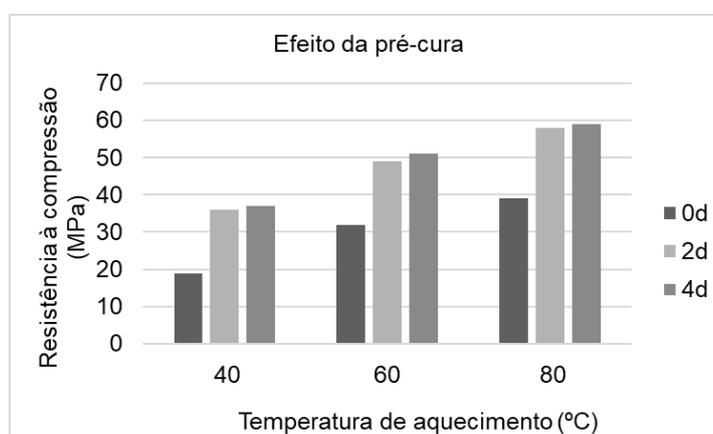


Figura 6 - Efeito do período de pré-cura. Fonte: Adaptado de Provis e Deventer (2009)

3 OBJETIVOS

O objetivo desta pesquisa é avaliar propriedades mecânicas e microestruturais de matrizes alcalinamente ativadas de rejeito de barragem de minério de ferro com adição de sílica ativa.

3.1 Objetivos específicos

- Determinar as propriedades mecânicas (resistência à tração na flexão e compressão) e físicas (densidade aparente) das matrizes aos 5 e 28 dias de cura.
- Avaliar as propriedades microestruturais dos compósitos produzidos através das técnicas de DRX e FTIR.
- Avaliar o efeito de diferentes proporções de adição de sílica ativa nas propriedades mecânicas e microestruturais das matrizes produzidas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Conforme apresentado na Figura 7, a metodologia seguida neste trabalho constituiu-se de 3 etapas principais: preparação dos materiais, caracterização dos materiais e caracterização das matrizes alcalinamente ativadas.

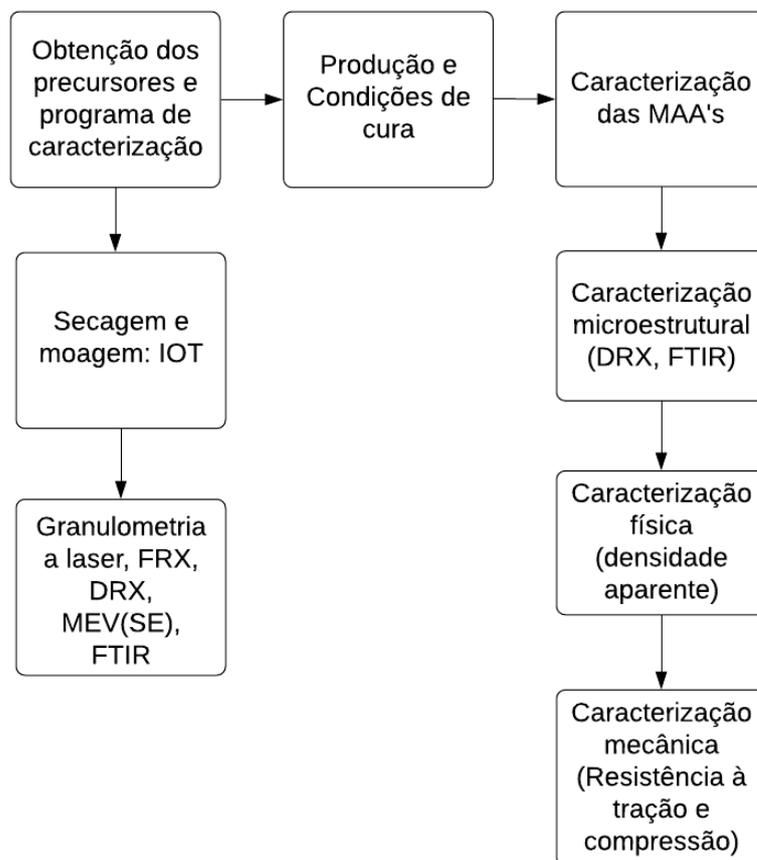


Figura 7 - Metodologia

4.1 Obtenção dos precursores e programa de caracterização

Para a produção das MAA's, foram utilizados neste trabalho o rejeito de barragem de minério de ferro ou *iron ore tailing* (IOT), hidróxido de sódio (NaOH) em escamas (padrão analítico, grau de pureza > 98%), sílica ativa ou *silica fume* (SF) e água. O rejeito de minério de ferro, utilizado como precursor das matrizes produzidas, é proveniente da barragem de Maravilhas, localizada em Itabirito, -20.213938°, -43.892129° e foi seco estufa a 100° C por 24 horas.

Definiu-se o tempo de moagem igual a 30 minutos, tempo mínimo no qual obteve-se uma distribuição de tamanho de partículas similar a resultados encontrados na literatura (DEFÁVERI *et al.*, 2019). O rejeito foi moído em moinho horizontal de

esferas de baixa energia (Marconi MA500), locado no Laboratório de Materiais de Construção Civil da Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP).

O IOT e a SF foram caracterizados quimicamente por Fluorescência de Raios X (FRX), através do Espectrômetro de raios X Epsilon 3x, localizado no Laboratório de Materiais de Construção Civil da UFOP. Para realização do ensaio, a amostra do IOT foi seca a 100 °C por 24 horas.

A análise mineralógica em caráter quantitativo foi realizada através da técnica de Difração de Raios X (DRX) no Laboratório Nanolab da REDEMAT/UFOP, utilizando-se o equipamento D2 PHASER 2ª Geração Bruker e tubo de cobre. O *setup* determinado para ambos os ensaios foi: ângulo $2(\theta)$ de 0 a 70°; passo de 0.018°, tempo de passo de 1 segundo e velocidade de rotação do spinner de 8rpm. As amostras (IOT moído por 30 minutos e SF *in natura*) foram preparadas em pó, passadas na peneira de malha de 45 μm , prensadas e fixadas ao porta amostras e submetidas ao ensaio. Para análise e refinamento dos dados, foi utilizado o software X'Pert High Score Plus 3.0 Panalytical, e o banco de dados cristalográficos COD (Crystallography Open Database). A análise quantitativa do teor de amorfo foi determinada pelo método do padrão interno, adicionando-se 20% de Óxido de Zinco (Zincita) sobre a massa da amostra e a partir do refinamento dos dados da Difração de Raios X pelo método de Rietveld.

Através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo TESCAN Vega3, analisou-se a morfologia das partículas por elétrons secundários (SE) do IOT moído e da sílica ativa *in natura*. As amostras foram fixadas em *stubs* com fita de carbono e recobertas com pó de ouro (Quorum Q150T).

Para caracterizar fisicamente o IOT moído e a SF *in natura*, foi realizado o ensaio granulometria por difração a laser (Bettersize 2000), para a obtenção da distribuição granulométrica dos materiais usando como meio a água destilada.

A análise por Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) foi realizada através de um espectrômetro Agilent Cary 360, locado no LAPPEM-UFOP, com medidas na região do infravermelho de 500 a 4000 cm^{-1} . A preparação das amostras do IOT moído e da sílica ativa *in natura* consistiu no método do pó, no qual o material passante na malha de 45 μm foi prensado e fixado ao porta amostras e submetido ao ensaio.

4.2 Produção e condições de cura

Foram selecionados 4 traços para moldagem em corpos de prova prismáticos de (4x4x16) cm. A partir de resultados da literatura (DEFÁVERI *et al.*, 2019; TORGAL *et al.*, 2015, a relação água/sólidos foi mantida constante e igual a 0,27 e a concentração molar do ativador alcalino igual a 8 M(mol/L). Os traços seguem a nomenclatura “IOTx” onde x é a adição de sílica ativa, em porcentagem e são apresentados, juntamente às proporções de mistura na Tabela 2.

Tabela 2 - Traços e dosagens selecionados

Traço	IOT (g)	SF (g)	NaOH (g)	Água (g)
IOT0	3000,00	0,00	288,00	900,00
IOT1,5	3000,00	45,00	292,32	913,50
IOT2,25	3000,00	67,50	294,48	920,25
IOT5	3000,00	150,00	302,40	945,00

A metodologia “*one part*” foi utilizada para a moldagem dos corpos de prova. A cominuição do hidróxido de sódio foi realizada em um almofariz mecânico RITSCH por 5 minutos e a sílica ativa foi inicialmente dissolvida na água através de agitação em recipiente plástico fechado, para melhor dispersão das partículas. Em seguida, estes foram adicionados à um misturador mecânico juntamente ao IOT, procedendo com mistura mecânica por 3 minutos em baixa velocidade, pausa de 15 segundos para limpeza da pá misturadora e subsequente mistura por 5 minutos em alta velocidade. Posteriormente, foi realizada a moldagem dos corpos de prova com adensamento em 1 camada em mesa vibratória por 45 segundos. Os corpos de prova foram envolvidos com plástico filme e curados à temperatura ambiente (25 ± 1 °C) por 2 dias e posteriormente em estufa a 100 °C por 3 dias. Os corpos de prova que foram ensaiados aos 28 dias foram armazenados em sacos plásticos fechados após a cura térmica.

4.3 Caracterização das misturas

Para a realização da análise mineralógica em caráter quantitativo nas idades de 5 e 28 dias, as amostras foram cominuídas e a fração passante na peneira de abertura 45 μ m foi submetida à técnica de Difração de Raios X, por um difratômetro D2 PHASER 2ª Geração Bruker, locado no Laboratório Nanolab da REDEMAT/UFOP. O *setup* determinado para os ensaios foi: ângulo 2θ de 7 a 60°; passo de 0.018°;

tempo de passo de 1 segundo e velocidade de rotação do spinner de 8 rotações por minuto. Para análise e refinamento dos dados, foi utilizado o software X'Pert High Score Plus 3.0 Panalytical, e o banco de dados cristalográficos COD (Crystallography Open Database). A análise quantitativa do teor de amorfo foi determinada pelo método do padrão interno, adicionando-se 20% de Óxido de Zinco (Zincita) sobre a a massa da amostra, e a partir do refinamento dos dados da Difração de Raios X pelo método de Rietveld.

A fim de identificar componentes e estruturas moleculares específicas de MAA's, a análise por Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier foi realizada através de um espectrômetro Agilent Cary 360 FTIR, com medidas na região do infravermelho de 500 a 4000 cm^{-1} . Aos 28 dias, as amostras dos compósitos produzidos foram moídas e a fração em pó passante na peneira de abertura 45 μm foi submetida ao ensaio.

A densidade aparente dos corpos de prova prismáticos foi obtida pela razão entre a massa e o volume dos corpos de prova, mensurados aos 5 e 28 dias. As massas foram medidas em balança de 0,01 g de precisão e os volumes a partir das medidas nas três dimensões (altura, largura e comprimento) dos corpos de prova, utilizando-se um paquímetro analógico. Os valores apresentados são a média aritmética de três corpos de prova para cada traço.

Os corpos de prova prismáticos foram avaliados quanto à resistência à tração na flexão, conforme a norma brasileira NBR 12142 (2010). Foram ensaiados três corpos de prova de cada traço nas idades de 5 e 28 dias em uma prensa hidráulica (EMIC DL 20000) utilizando uma célula de carga de 200 kN, incremento de carga de 0,25 MPa.

Os testes de resistência à compressão foram realizados utilizando-se o mesmo equipamento e as mesmas configurações, segundo a NBR 16738 (2019). Foram ensaiados seis corpos de prova de cada traço (oriundos do ensaio de resistência à tração na flexão), nas idades de 5 e 28 dias.

Para análise estatística, os dados de resistência à tração na flexão e compressão foram avaliados segundo a Análise de Variância (ANOVA) fator único, com significância de 5% e segundo o método de Tukey.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados e as discussões da caracterização dos precursores e caracterização das matrizes produzidas, são apresentados a seguir.

5.1 Caracterização dos precursores

A Tabela 3 apresenta os resultados da caracterização química do IOT e da SF.

Tabela 3 - Caracterização química

Amostra	Elementos em Óxido						
	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	TiO ₂ (%)	K ₂ O (%)	MgO (%)
IOT	21,5	9,1	67,4	0,1	0,3	0,2	0,2
SF	91,8	0,0	2,1	0,6	-	2,2	0,6

A partir dos resultados da Fluorescência de Raios X, nota-se um elevado teor de óxido de ferro na composição do IOT. Algumas pesquisas apontam para a utilização de precursores com teores elevados de ferro na produção de matrizes alcalinamente ativadas. Nkwajua *et al.*, (2019) estudaram o comportamento mecânico, de durabilidade e as propriedades isolantes de geopolímeros baseados em fibras de laterita com até 35% de Fe₂O₃ em sua composição. Defáveri *et al.*, (2019) utilizaram um rejeito de barragem de minério de ferro com aproximadamente 49% de Fe₂O₃ na produção de geopolímeros. Hu et al., (2018) estudaram o papel do ferro em geopolímeros de lama vermelha com cerca de 35% de Fe₂O₃ em sua composição e mostraram que algumas espécies de Fe³⁺ tetraédrico poderiam substituir o Al³⁺ no aluminossilicato, integrando a estrutura de geopolímero.

Observa-se ainda que a relação SiO₂/Al₂O₃ do precursor é igual a 2,37. Segundo Ye (2016), para geopolímeros de lama vermelha com adição de sílica ativa, uma faixa adequada desta relação seria em torno de 3,3-4,5. Entretanto, todas as adições utilizadas estão abaixo do limite inferior.

Para as adições utilizadas neste trabalho, as relações ficaram conforme apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 - Relações SiO₂/Al₂O₃

Adições (%)	Relação SiO ₂ /Al ₂ O ₃
1,50	2,52
2,25	2,60
5,00	2,87

Destaca-se a importância da análise da composição mineralógica dos materiais a fim de verificar se as fases se encontram em forma amorfa ou em arranjos cristalinos. Segundo Walker e Pavía (2010), é amplamente aceito que as estruturas amorfas são mais reativas que as cristalinas, devido à maior mobilidade e localização superficial de seus átomos.

Os difratogramas da SF e do IOT são apresentados na Figura 8 e na Figura 9, respectivamente.

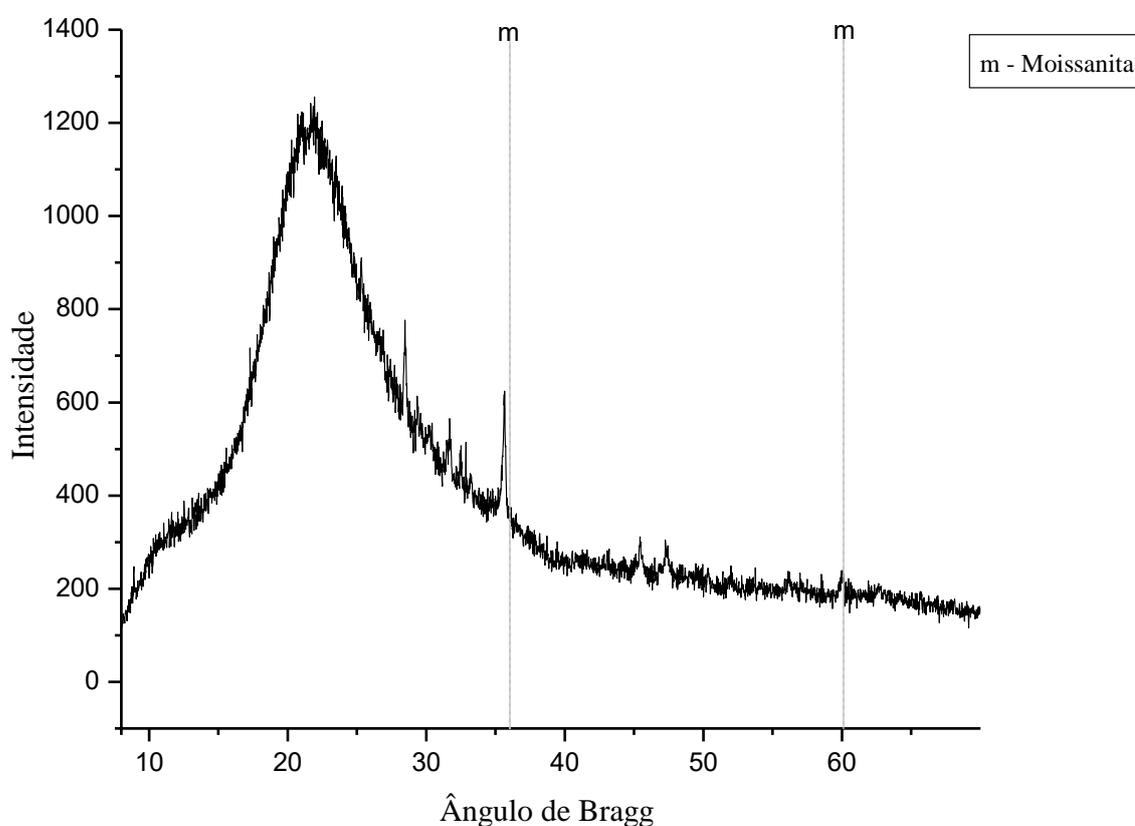


Figura 8 - Difratograma SF

A análise do difratograma da sílica ativa demonstra que o material é predominantemente amorfo, apresentando apenas a Moissanita (Si_4C_4)–COD9004180 como fase cristalina, assim como constatado por Fuentes *et al.*, (2014) Arroudj *et al.*, (2011).

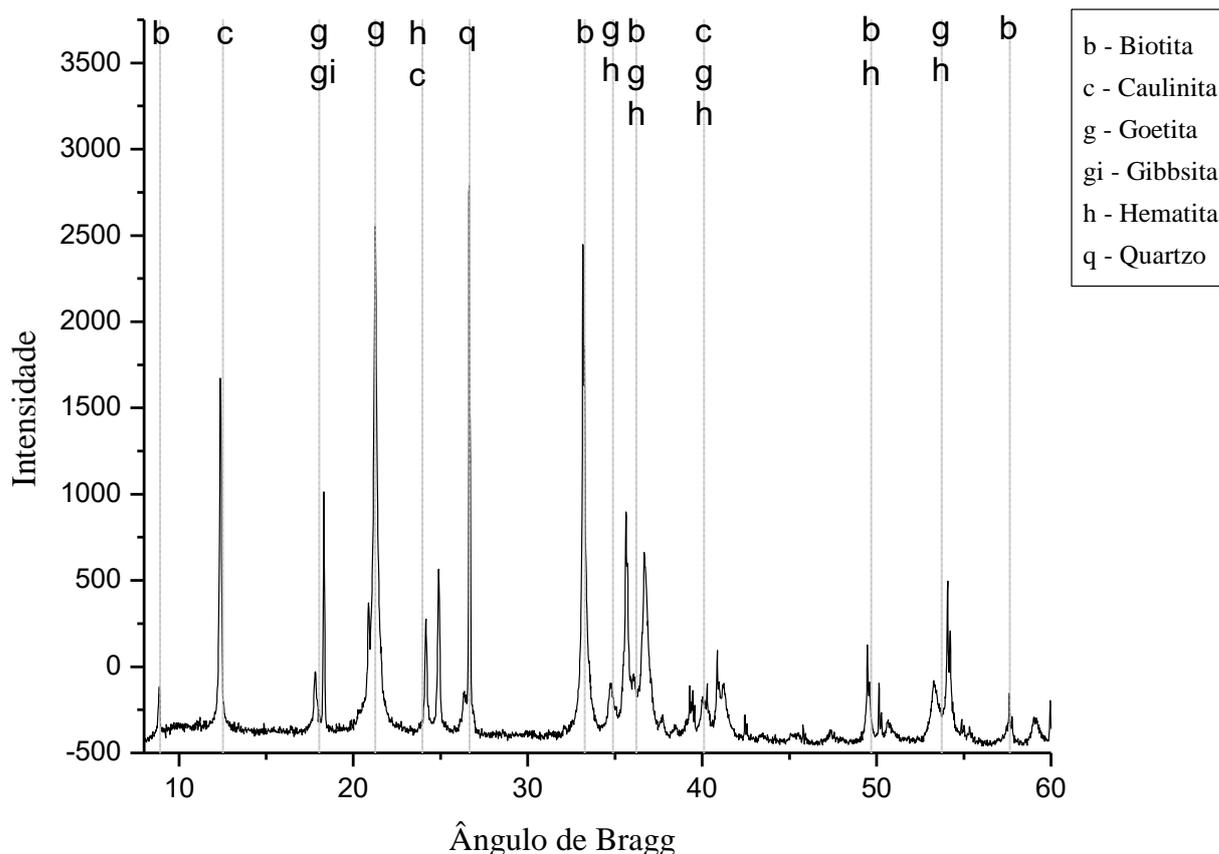


Figura 9 - Difratoograma - IOT

A análise do difratograma do rejeito apresentou 6 fases cristalinas: a biotita ($K(Mg,Fe)_3(AlSi_3O_{10})(F,OH)_2$) – COD9000025, goetita (FeO) -COD2211652, a caulinita ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) – COD9009230, a hematita (Fe_2O_3) – COD2101168, a gibbsita ($Al(OH)_3$) – COD1011081 e o quartzo (SiO_2) – COD2100188. Wolff (2009) também notou a presença de caulinita, gibbsita e dos óxidos de ferro (hematita e goetita) como fases cristalinas ao analisar difratogramas de rejeitos de mineração de sete unidades de beneficiamento de minério de ferro de uma mineradora. Defáveri *et al.*, (2019) além de também registrarem a presença de goetita, hematita e quartzo (SiO_2) no rejeito de minério de ferro, encontraram as fases chamosita ($(Fe^{2+},Mg,Fe^{3+})_5Al(Si_3Al)O_{10}(OH,O)_8$) e chantalita ($CaAl_2(SiO_4)(OH)_4$).

O resultado da análise quantitativa de fases do IOT e da SF é apresentada na Tabela 5.

Tabela 5 - Quantitativo de fases

IOT (%)		SF (%)	
Hematita	14,9	Moissanita	01,1
Goetita	32,5	Amorfo	98,9
Quartzo	06,5		
Caulinita	21,5		
Gibbsita	07,9		
Biotita	04,9		
Amorfo	11,9		

As Figuras 10 e 11 apresentam os resultados obtidos na análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para a sílica ativa e o rejeito de minério de ferro, respectivamente.

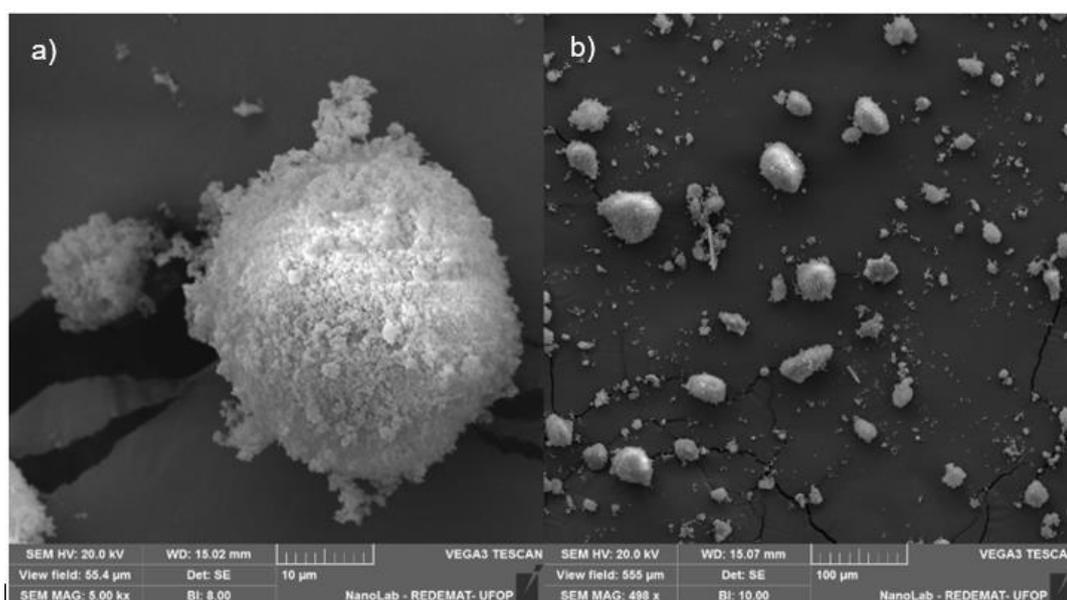


Figura 10 - Microscopia Eletrônica de Varredura - SF

A Figura 10.a possui uma aproximação de 5000x. Nota-se a presença de pequenas partículas aderidas à superfície das partículas maiores. A Figura 10.b possui uma aproximação de 500x e mostra partículas de diferentes tamanhos, também com partículas aderidas à superfície. Costa (2019) analisou a morfologia da sílica ativa também através da microscopia eletrônica de varredura e notou partículas de formato perfeitamente esférico. Devido às partículas aglomeradas, não é possível perceber se a sílica ativa utilizada neste trabalho possui geometria perfeitamente esférica ou se são menos arredondadas podendo, portanto, não contribuir significativamente para a melhora das propriedades de reologia. Nota-se ainda na

Figura 10.b, a presença de partículas de IOT de até 50 μ m, bem como muitas partículas menores.

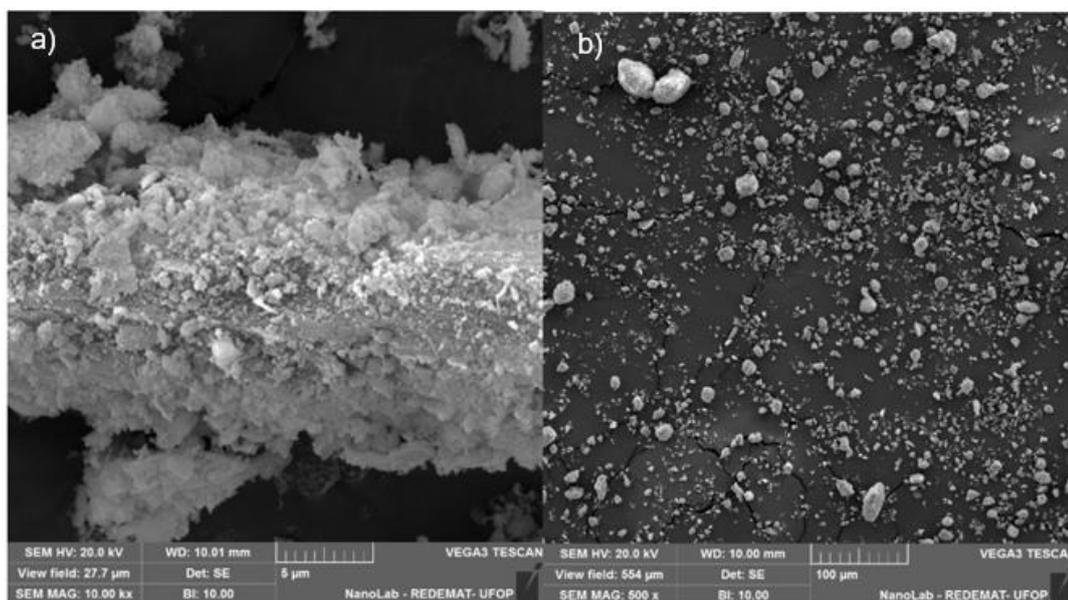


Figura 11 - Microscopia Eletrônica de Varredura - IOT

A Figura 11.a do rejeito de minério de ferro (aproximação de 10000x) também mostra a presença de pequenas partículas aglomeradas às partículas maiores. A Figura 11.b (aproximação de 500x), exibe partículas de diferentes geometrias, incluindo a presença de formas lamelares. Observa-se ainda que não é possível identificar partículas maiores que 50 μ m na imagem.

As curvas de distribuição granulométrica da SF e do IOT são apresentadas na Figura 12.

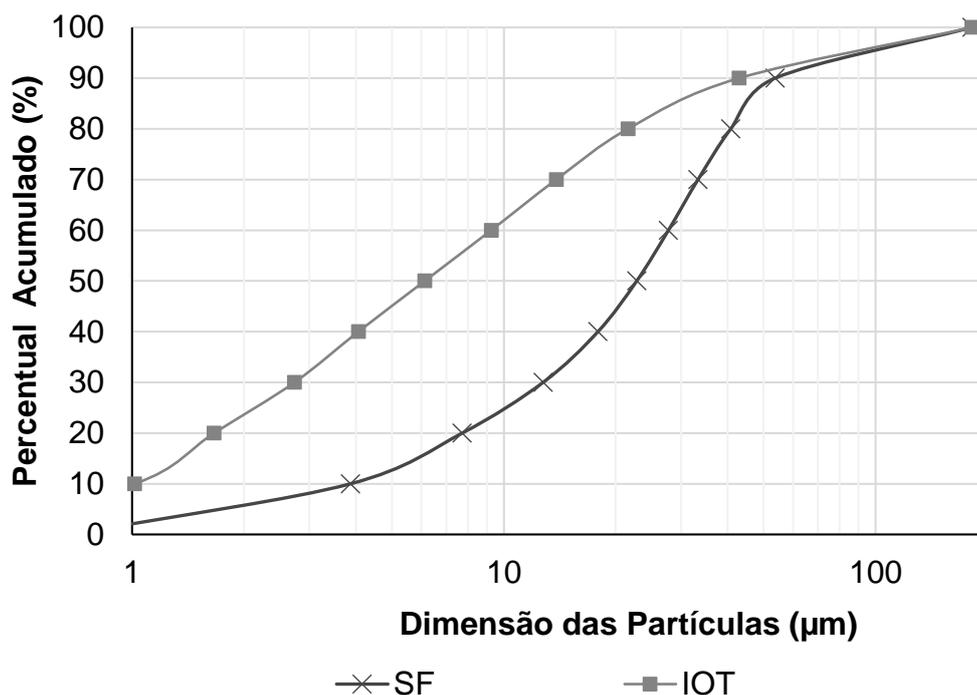


Figura 12 - Distribuições Granulométricas IOT e SF

Observa-se que o IOT possui um D90 de aproximadamente 40 µm e a SF um D90 de aproximadamente 70 µm. Defáveri *et al.*, (2019) obtiveram elevadas resistências mecânicas (~100 MPa) utilizando rejeito de barragem de minério de ferro como precursor (D90 igual a 51 µm) e resíduo de lã de vidro (D90 igual a 71,95 µm) como adição, valores muito próximos aos dos materiais utilizados neste trabalho.

Sabe-se que a utilização de precursores mais finos resulta em microestruturas mais compactas, que melhoram as propriedades de matrizes alcalinamente ativadas (KUMAR *et al.*, 2015; SATA *et al.*, 2012). Assim, entende-se que as granulometrias do precursor e da adição utilizados neste trabalho podem aprimorar as propriedades mecânicas e microestruturais dos compósitos produzidos.

A Figura 13 apresenta os resultados de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de *Fourier* para a SF. Os resultados encontrados no ensaio estão de acordo com a literatura. As bandas encontradas à 793 cm⁻¹ e 1043 cm⁻¹ estão associadas ao encurtamento e alongamento das ligações Si-O-Si, respectivamente (JEONG *et al.*, 2013; DICK *et al.*, 2008).

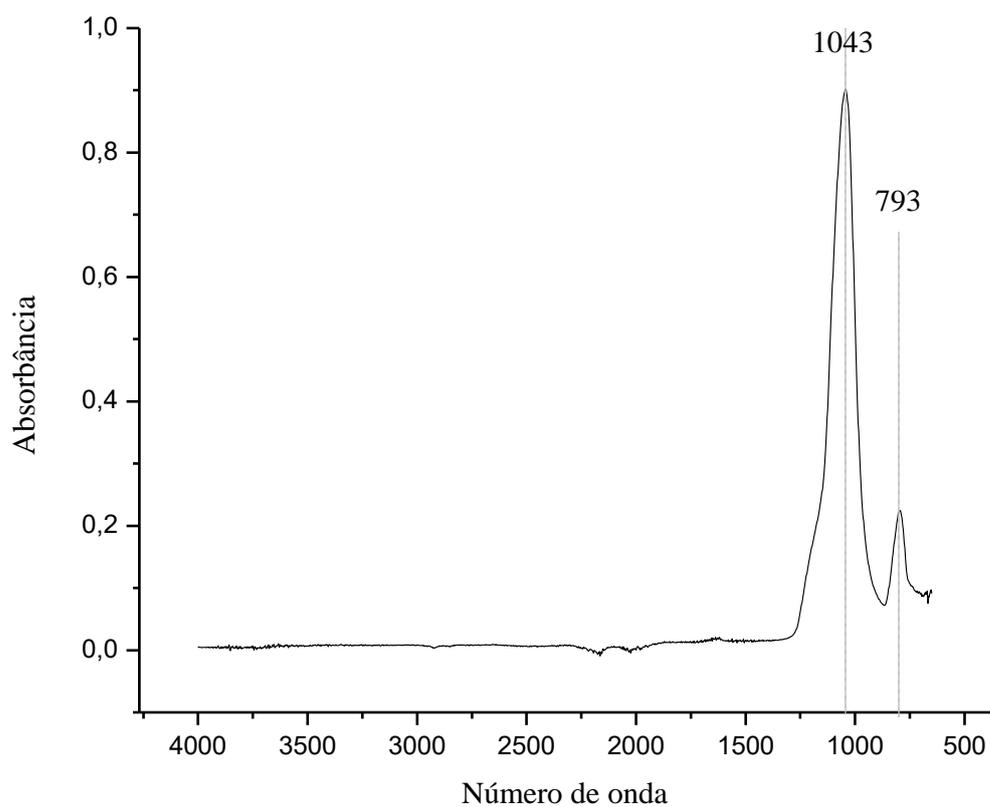


Figura 13 - FTIR SF

A Figura 14 apresenta os resultados de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier para o IOT. A partir do resultado encontrado na Difração de Raios X do IOT, pode-se inferir que as bandas presentes a 3660cm^{-1} podem ser atribuídas à presença da caulinita (DICK *et al.*, 2008), a 3150cm^{-1} à goetita (WECKLER; LUTZ, 1998), da faixa de $800\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ à caulinita e ao quartzo (BEZERRA *et al.*, 2018).

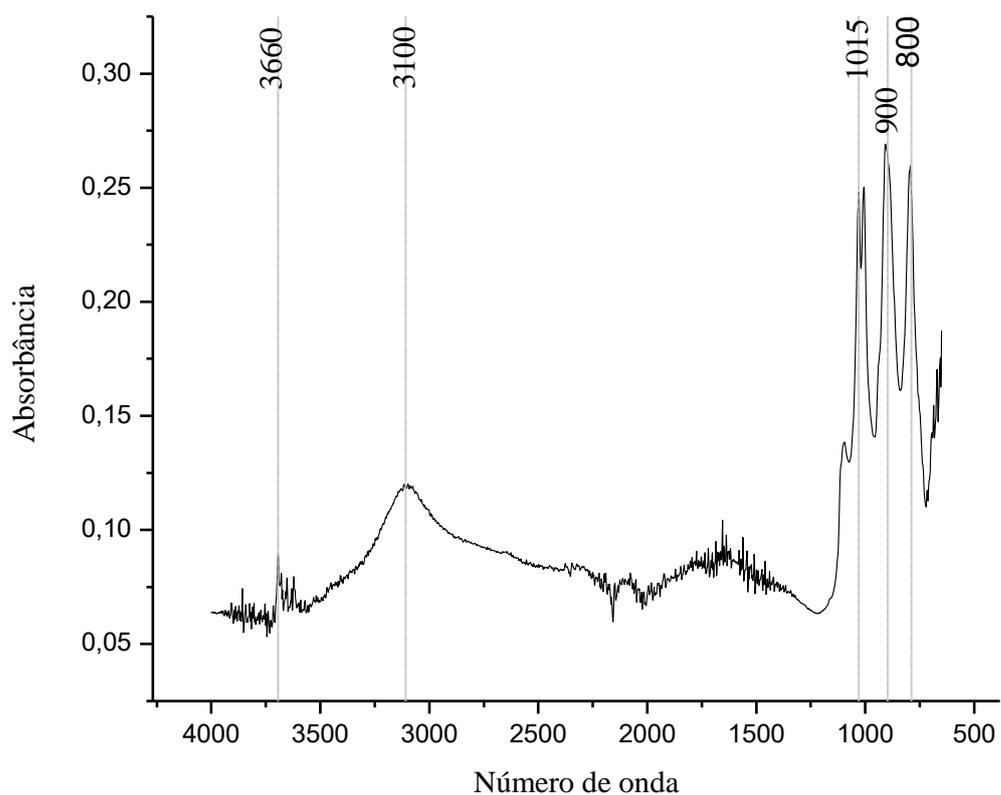


Figura 14 - FTIR IOT

5.2 Caracterização microestrutural das MAA's

As Figuras 15 e 16 apresentam os difratogramas do IOT e dos traços IOT0, IOT1.5, IOT2.25 e IOT5 aos 5 e 28 dias, respectivamente.

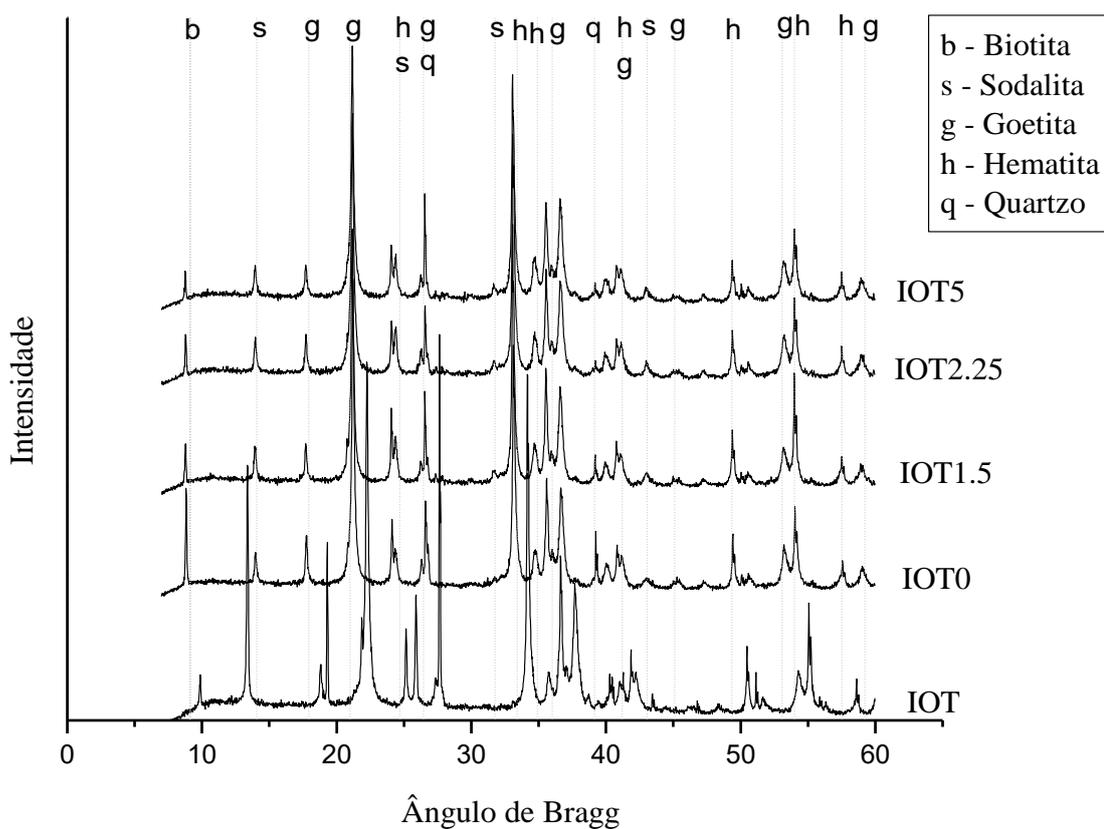


Figura 15 - DRX das MAA's aos 5 dias

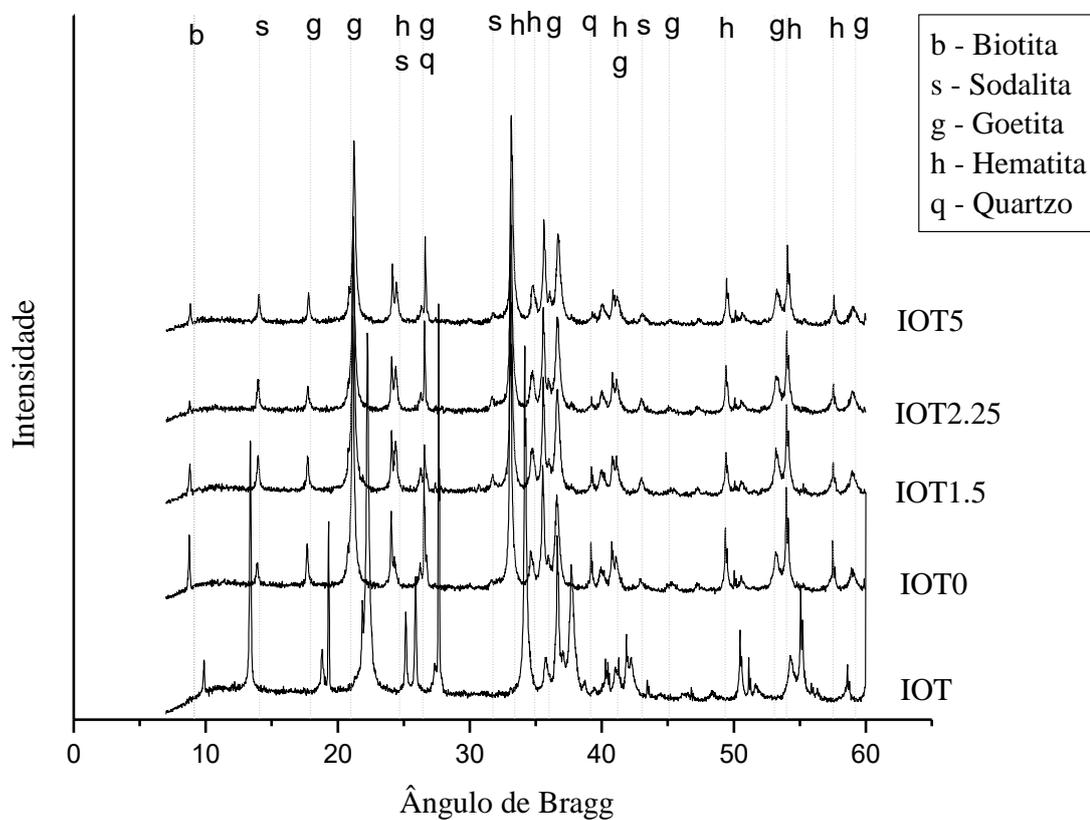


Figura 16 - DRX das MAA's aos 28 dias

A partir da análise dos difratogramas, aos 5 e 28 dias, foram identificadas as fases biotita ($K(Mg,Fe)_3(AlSi_3O_{10})(F,OH)_2$) - COD 9001582; quartzo (SiO_2) - COD 9009666; goetita ($FeO(OH)$) – COD 1008766 e hematita (Fe_2O_3) – COD 9000139, que também estão presentes no difratograma do IOT. Notou-se ainda, o aparecimento de uma nova fase nas MAA's, a sodalita ($Na_8Al_6Si_6O_{24}(NO_3)$) – COD 8100404, que não está presente no difratograma do IOT.

A Figura 17 apresenta o quantitativo de fases em porcentagem do IOT e de todos os traços aos 5 e 28 dias.

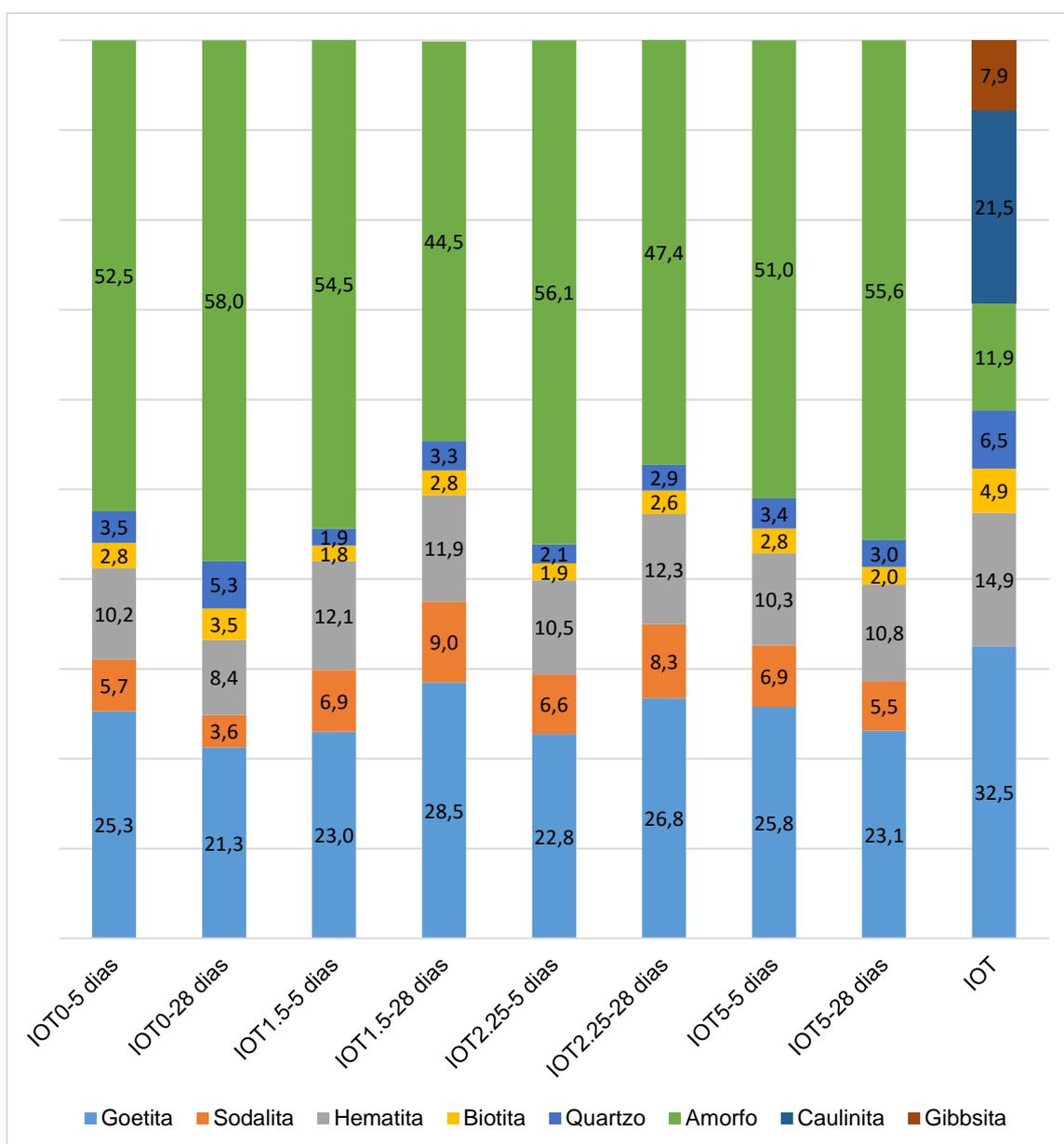


Figura 17 - Quantitativo de Fases

Observa-se que em nenhuma das MAA's foram encontradas as fases caulinita e gibbsita, presentes no IOT. Além disso, os teores de goetita, quartzo, hematita e biotita são menores em todas as amostras de MAA's quando comparados ao IOT. Estas ocorrências sugerem a dissolução ao menos parcial dessas fases, para posterior reorganização da estrutura e formação de novos compostos.

Aos 5 e 28 dias, pode-se notar que o teor de goetita das MAA's está entre 21 e 29%, enquanto no IOT o teor de goetita é de aproximadamente 32%. Lemounga *et al.*, (2013) e Hu *et al.*, (2018) concluíram em seus estudos que espécies de ferro contidas nos precursores substituíram o alumínio e passaram a integrar a estrutura octaédrica dos aluminossilicatos da estrutura geopolimérica. Estes resultados sugerem a possível incorporação parcial desta fase nos produtos de hidratação das matrizes alcalinamente ativadas.

A Figura 18 compara o teor de sodalita em cada traço aos 5 e 28 dias.

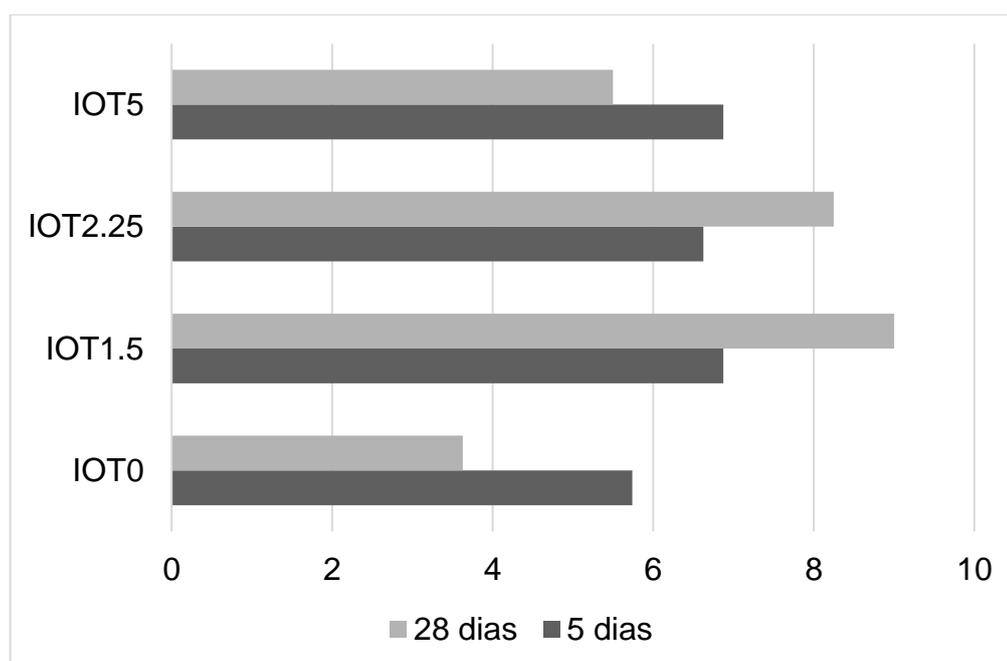


Figura 18 - Teor de Sodalita aos 5 e 28 dias

Observa-se que a diferença nos teores de sodalita entre os traços IOT1.5, IOT2.25 e IOT5 é maior aos 28 dias quando comparado aos 5 dias. Segundo Reys *et al.*, (2013), a nucleação e crescimento de zeólitas como a sodalita é um processo complexo que pode ser afetado por fatores como: formação de fases metaestáveis intermediárias, ocorrência de reações simultâneas (precipitação, dissolução de fase de gel, nucleação, crescimento de zeólitas), dissolução das fases iniciais metaestáveis, nucleação e crescimento de fases mais estáveis. Portanto, espera-se

que ao longo do tempo, ocorram maiores modificações nos teores das fases cristalinas.

Nota-se ainda que, aos 28 dias, o teor de sodalita decresce com o aumento do teor de sílica. Criado *et al.*, (2007) estudaram os efeitos da relação $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ em cinzas volantes alcalinamente ativadas ao longo do tempo. Segundo os autores, à medida em que se aumentava o teor de sílica nas amostras, induzia-se um atraso na formação de zeólitas.

A Figura 19 compara os teores de amorfo dos traços de 5 e 28 dias e do rejeito puro.

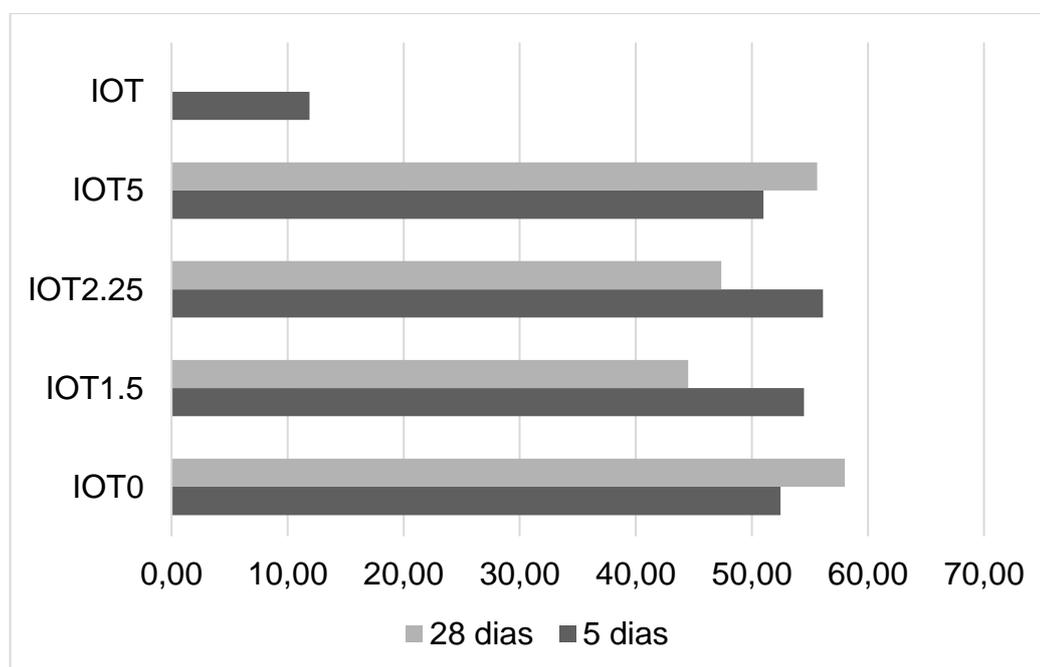


Figura 19 - Teor de Amorfo aos 5 e 28 dias

Considerando que a maior adição de sílica ativa foi de 5% e que sua composição é 98% amorfa, o maior quantitativo de amorfo advindo da sílica ativa corresponde a 4,9%. Ainda assim, o teor de amorfo das MAA's é, em média, cerca de 30% maior que dos precursores.

A Figura 20 apresenta os espectrogramas de infra vermelho das 4 pastas e do IOT.

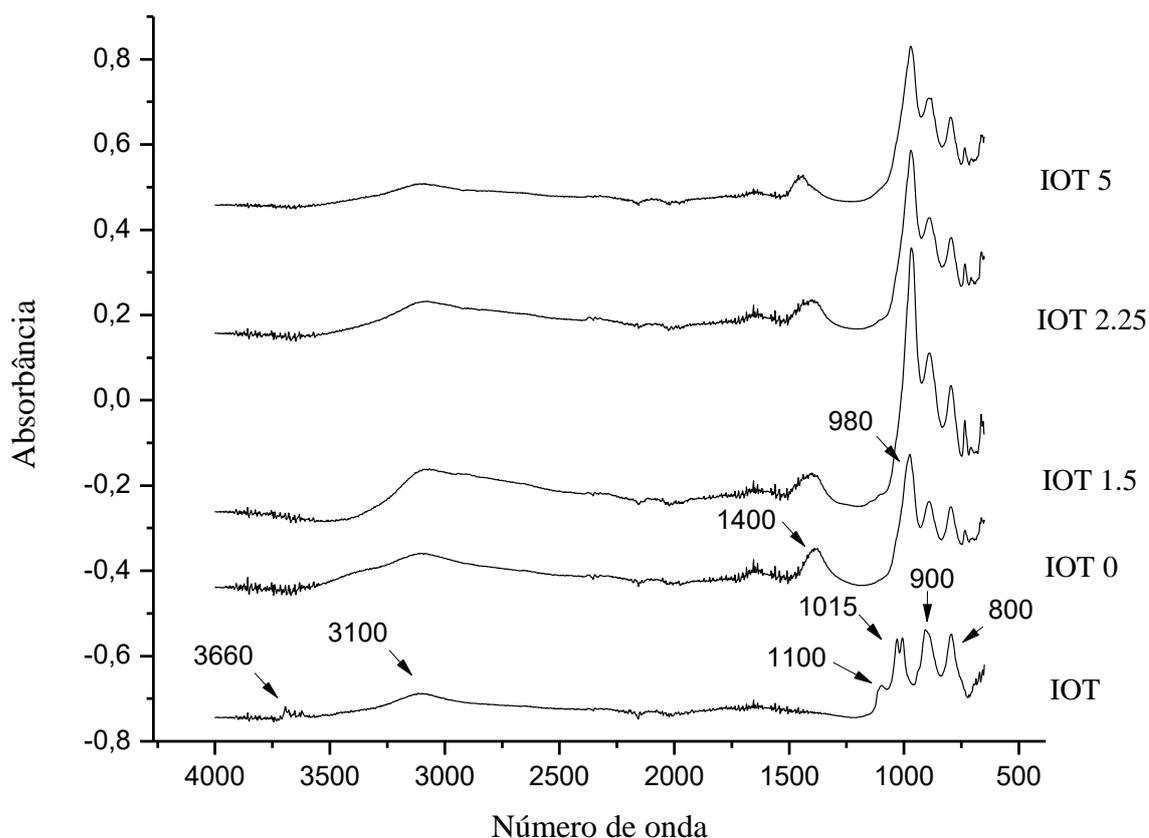


Figura 20 - FTIR das MAA's aos 28 dias

Houveram modificações significativas entre as bandas do IOT e as bandas das MAA's, o que sugere a formação de novas fases produzidas pela ativação alcalina.

À aproximadamente 3660 cm^{-1} , nota-se que a banda associada à caulinita só está presente no IOT, mas não aparece nas pastas. Nos resultados de DRX, além do desaparecimento da caulinita, observou-se o surgimento de uma nova fase: a sodalita. Ríos *et al.* (2008), ao estudarem a nucleação e desenvolvimento de zeólitas, notaram a formação da zeólita sodalita a partir do tratamento hidrotérmico da metacaulinita. Assim, acredita-se que neste trabalho, o desaparecimento da banda associada à caulinita nos resultados de FTIR está relacionado à formação da zeólita sodalita sob cura à $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, verificada também nos resultados de DRX.

A aproximadamente 1400 cm^{-1} , nota-se o surgimento de uma banda nas pastas que não pode ser observada no IOT. Esta banda está associada à presença de carbonatos de sódio (Na_2CO_3) e é devida à reação do excesso de NaOH com o CO_2 atmosférico (Azevedo, Strecker, & Lombardi, 2018) (Bezerra, França, Magalhães, & Carvalho, 2018).

A 1100 cm^{-1} , observa-se o desaparecimento de uma banda nas MAA's. Esta banda está associada às ligações Si-O, e pode ser devida à presença da caulinita ou do quartzo. Assim como discutido nos resultados de DRX, o desaparecimento desta banda nas pastas também sugere a dissolução parcial do quartzo ou total da caulinita para a formação dos produtos de geopolimerização.

A aproximadamente 3100 cm^{-1} , é possível observar modificações das bandas atribuídas à goetita, ao se comparar o IOT e as MAA's com diferentes adições de sílica ativa. Conforme discutido anteriormente nos resultados de DRX, estas modificações podem estar relacionadas com uma possível dissolução parcial desta fase para formação de produtos de hidratação.

Nota-se também uma movimentação da banda à 1015 cm^{-1} presente no IOT, associada ao alongamento das ligações Si-O. Nas MAA's, essas bandas se deslocam para aproximadamente 980 cm^{-1} . Azevedo *et al.*, (2018) produziram geopolímeros de metacaulim e cerâmica vermelha. Nos precursores, encontraram bandas a 1080 cm^{-1} , que foram também associadas ao alongamento das ligações Si-O. Nos geopolímeros de metacaulim, foi notado o deslocamento desta banda para aproximadamente 1000 cm^{-1} . Segundo os autores, este deslocamento foi provocado pela substituição de átomos de silício por átomos de alumínio na estrutura geopolimérica, que formam as estruturas Al-O-Si. Palomo *et al.*, (2007) estudaram a formação de géis durante a hidratação alcalina, e mostraram que as bandas dos géis N-A-S-H geralmente são encontradas em comprimentos de onda que variam de 980 a 1000 cm^{-1} , onde a posição exata destas bandas depende da relação Al/Si do gel formado. Assim, neste trabalho, tanto as movimentações destas bandas quanto o aumento do teor de amorfo nos resultados de DRX, sugerem a formação do principal produto de reação geopolimérica, o gel N-A-S-H.

A Figura 21 apresenta o FTIR dos 4 traços na região de 600 a 1800 cm^{-1} .

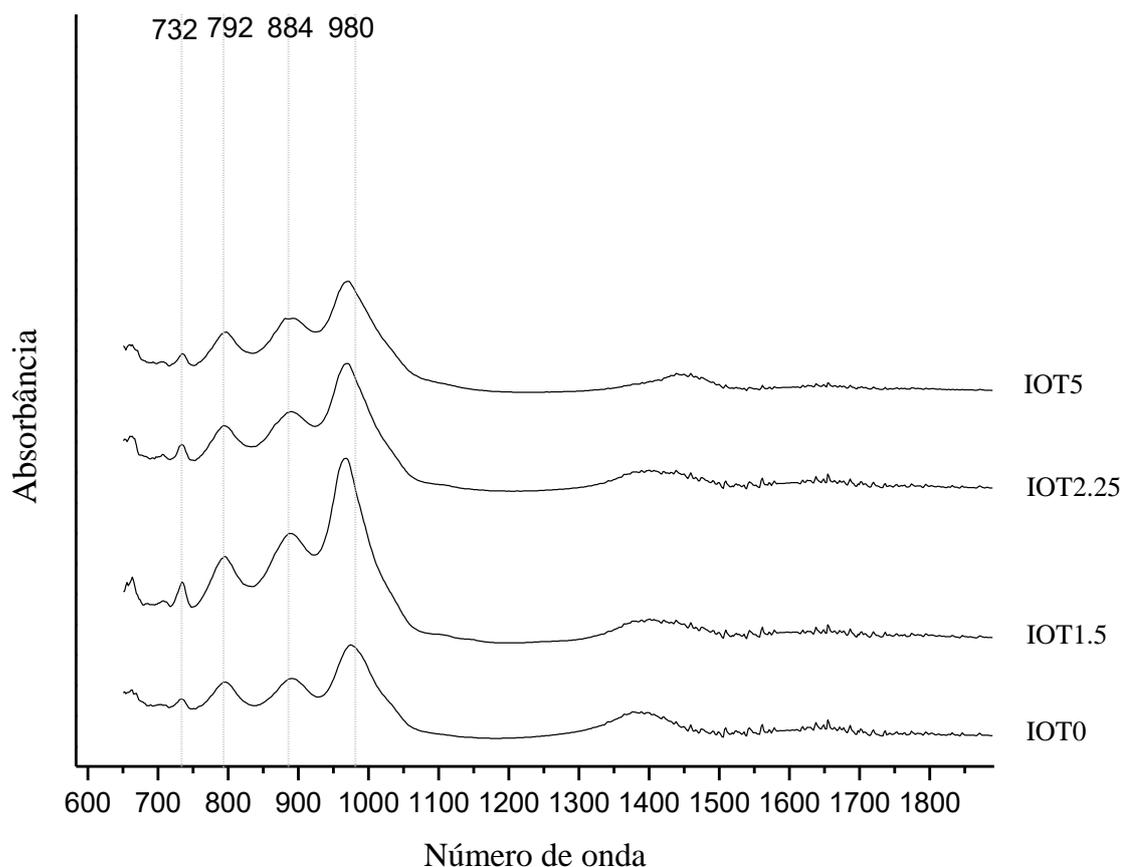


Figura 21 - FTIR das MAA's de 600 a 1800cm⁻¹

De acordo com Criado *et al.*, (2007), a banda a 732 cm⁻¹ está associada à presença da sodalita e pode ser notada nas espectroscopias de todos os traços. A intensidade desta banda do traço IOT1.5 é visivelmente maior que as dos demais traços, o que está de acordo com o observado nos quantitativos de DRX.

5.3 Caracterização física das MAA's

Os volumes dos corpos de prova aos 5 e 28 dias são apresentados na Figura 22. É possível observar que, exceto para 2,25% de adição de sílica ativa, todos os corpos de prova sofreram redução de volume de 5 para 28 dias.

Nota-se ainda que nos traços com adição, o volume diminui à medida que se aumenta a porcentagem de sílica ativa adicionada, tanto aos 5 quanto aos 28 dias. Ma e Ye (2014), ao estudar a retração de pastas geopoliméricas de metacaulim, observaram que a retração por secagem das pastas com maior teor de sódio e sílica for maior que das demais, visto que o processo de retração autógena dos geopolímeros não é causado apenas pelo processo de auto dessecação observado

em pastas de cimento Portland, mas também pela reorganização contínua e polimerização da estrutura do N-A-S-H.

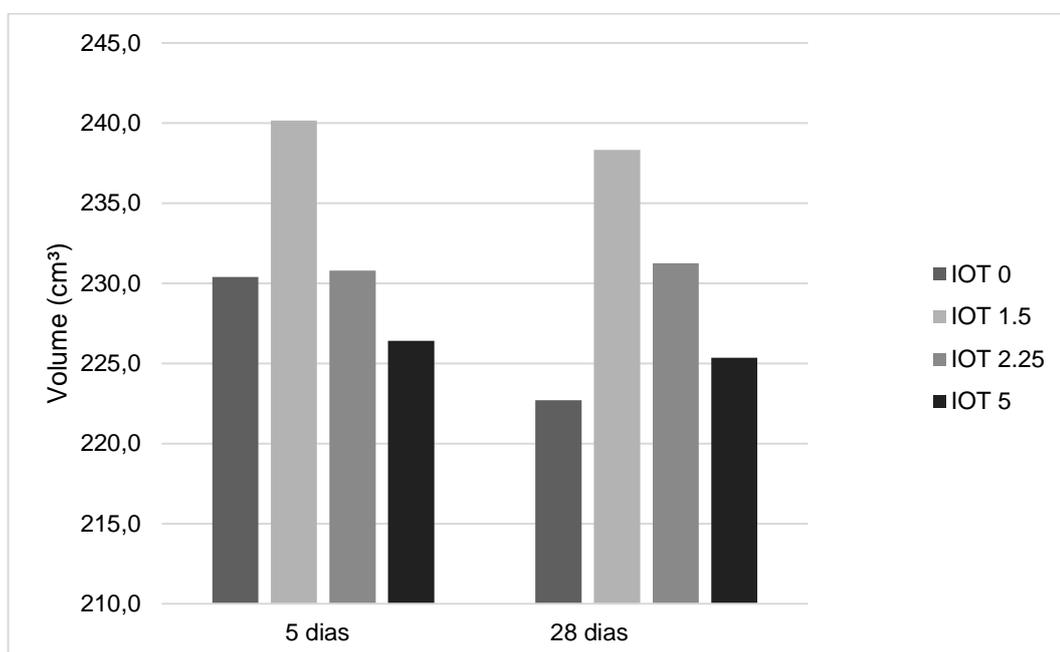


Figura 22 - Volumes das MAA's aos 5 e 28 dias

A densidade aparente dos corpos de prova aos 5 e 28 dias é apresentada na Figura 23. Aos 5 e 28 dias, nota-se que a densidade diminui com o aumento da adição de sílica ativa, exceto para o traço IOT1.5, que apresentou densidade em torno de 5% menor que a média. A diminuição da densidade com o aumento do teor de adição de sílica ativa provavelmente está relacionada ao aumento da proporção de SF em relação ao IOT. Enquanto o IOT possui massa específica em torno de 3,37 a 4,48 g/cm³, a sílica ativa comumente possui massa específica de 2,0 a 2,2 g/cm³ (FONTES *et al.*, 2019; TECNOSIL, 2020; VASKE *et al.*, 2008).

Nota-se ainda que a densidade aparente é maior para todos os traços aos 28 dias quando comparados aos 5 dias. Segundo Duxson *et al.*, (2005), a transformação do precursor líquido em um gel sólido e os mecanismos de densificação são uns dos elementos mais críticos da geopolimerização, que afetarão a nanoestrutura, porosidade e propriedades das matrizes produzidas. Neste trabalho, acredita-se que a diminuição dos volumes de 5 para 28 dias e o aumento da densidade estejam relacionados à reorganização e densificação da estrutura na formação dos produtos de geopolimerização.

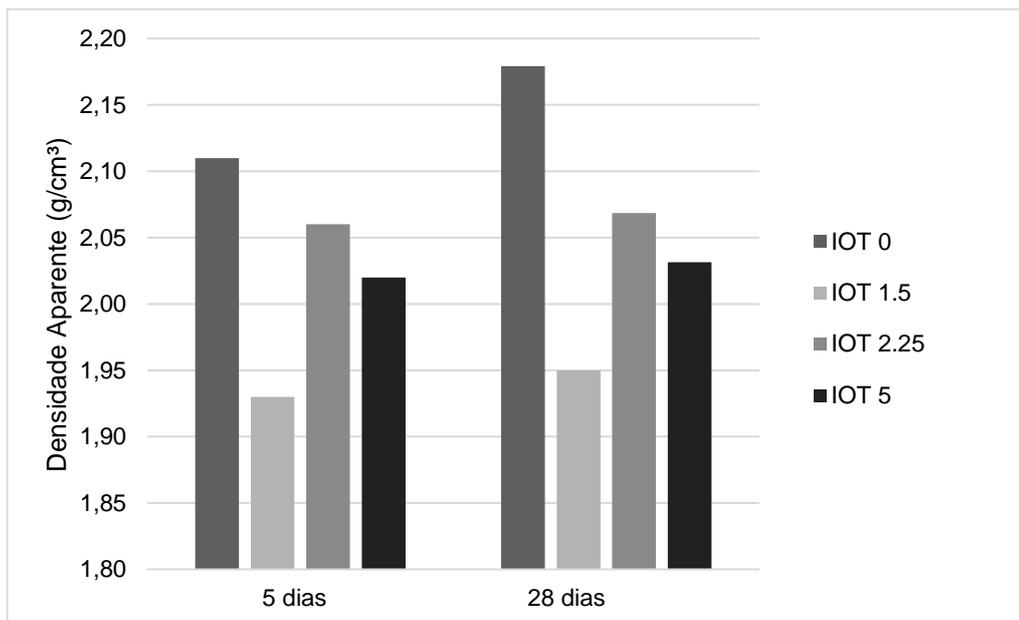


Figura 23 - Densidade Aparente das MAA's aos 5 e 28 dias

A densidade aparente dos corpos de prova variou entre 1,93 e 2,18 g/cm³. Fan *et al.*, (2018) produziram geopolímeros de cinzas volantes e encontraram densidades aparentes entre 1,91 e 2,05 g/cm³. Defáveri *et al.*, (2019) produziram geopolímeros de rejeito de minério de ferro com resíduo de lã de vidro e encontraram densidades de 2,0 a 2,4 g/cm³, valores próximos aos encontrados neste trabalho.

Nas análises de variância para densidade aparente aos 5 e 28 dias, o valor-P menor que 0,05 e o F maior que o F crítico, rejeitam a hipótese nula e verificam diferença estaticamente significativa entre um ou mais grupos (APÊNDICE A). Assim, os resultados indicam que a densidade aparente foi influenciada pela adição da sílica ativa.

5.4 Desempenho mecânico das MAA's

A Figura 24 apresenta os resultados obtidos no ensaio de resistência à tração na flexão para todos os traços aos 5 e 28 dias de cura.

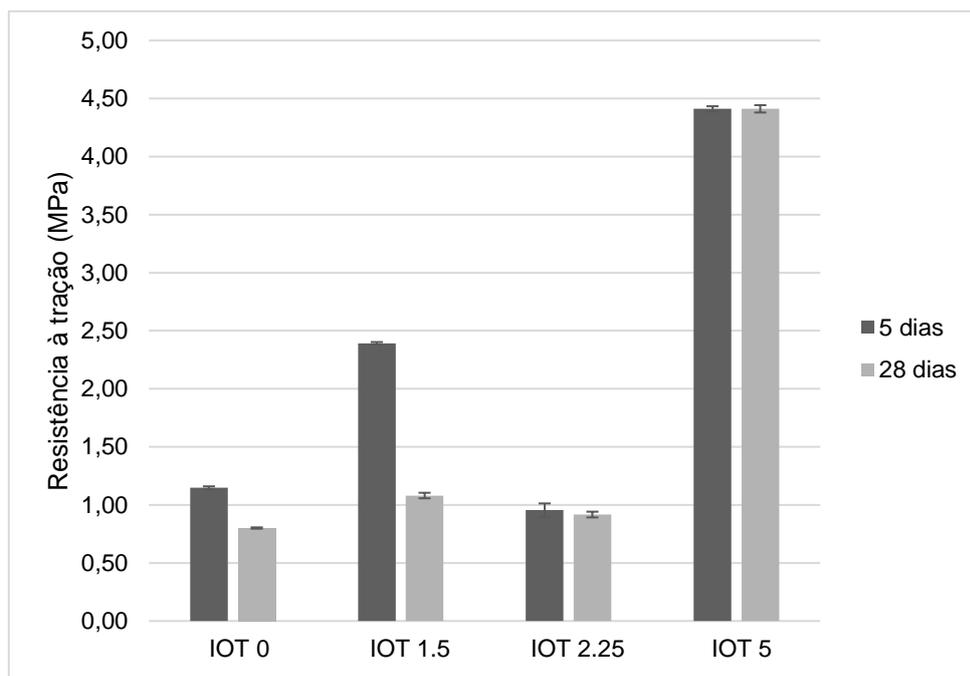


Figura 24 - Resistência à tração na flexão aos 5 e 28 dias

Para todos os traços, a resistência à tração na flexão é maior aos 5 dias que aos 28 dias. Nota-se ainda, que para as duas maiores adições de sílica ativa, a diferença de resistência entre as duas idades é menor.

A Figura 25 apresenta os resultados do ensaio de resistência à compressão para todos os traços aos 5 e 28 dias.

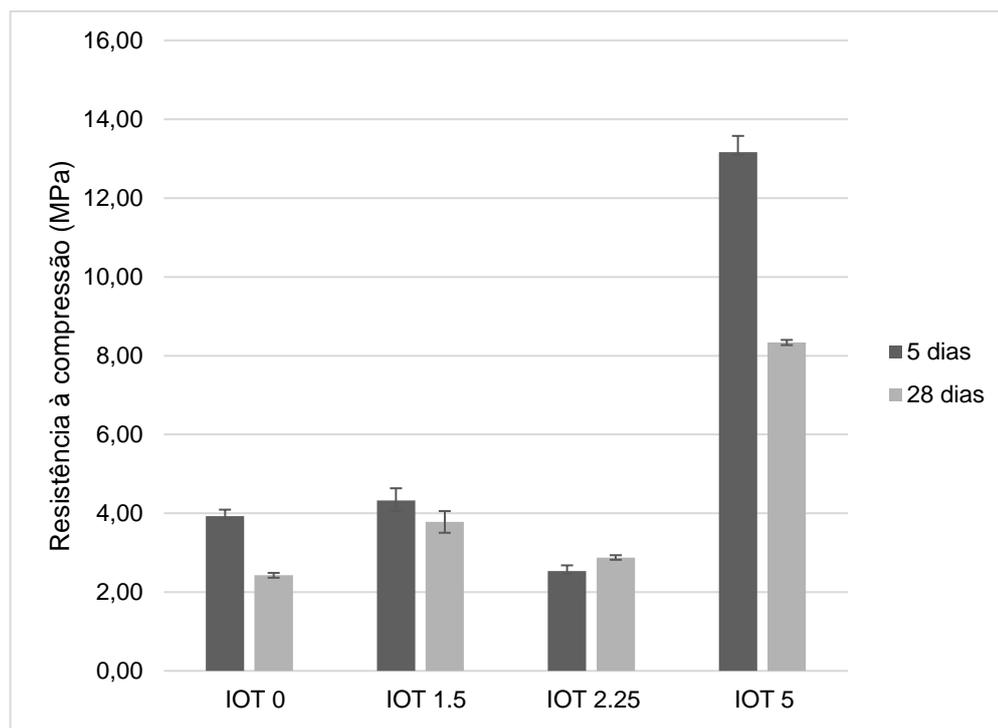


Figura 25 - Resistência à compressão aos 5 e 28 dias 3

Assim como para a resistência à tração, na resistência à compressão a maioria dos traços apresentou maiores valores aos 5 dias quando comparados aos 28 dias, com exceção do traço IOT 2,25. Outros autores também relataram a queda de resistência de geopolímeros ao longo do tempo. Ye *et al.*, (2016), mostraram que a queda da resistência à compressão em geopolímeros de lama vermelha estava associada ao processo de despolimerização ou dissolução do aluminossilicato, devido a uma baixa relação $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Além disso, os processos de eflorescência e carbonatação também podem causar a degradação das matrizes ao longo do tempo, diminuindo a resistência à compressão. Ke *et al.*, (2015) também produziram geopolímeros de lama vermelha e registraram queda de resistência à compressão ao longo do tempo, que foi associada à desidratação, eflorescência e carbonatação das matrizes.

Em muitos trabalhos, os precursores são ativados por tratamentos mecanoquímicos e/ou térmicos. Ke *et al.*, (2015) produziram geopolímeros *one part* baseados no tratamento térmico da lama vermelha. As misturas de lama vermelha e Na_2O foram aquecidas até 800°C em uma taxa de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ e depois mantidas a 800°C por uma hora. A máxima resistência à compressão alcançada foi de cerca de 10 MPa aos 7 dias. Ye *et al.*, (2016) produziram geopolímeros *one part* de lama vermelha e sílica ativa. O pré tratamento térmico da lama vermelha consistiu em sua calcinação

também a 800 °C por uma hora. As maiores resistências atingidas foram de aproximadamente 30 MPa aos 28 dias. Neste trabalho, a máxima resistência à compressão atingida foi de aproximadamente 13 MPa aos 5 dias, sem a ativação térmica ou mecanoquímica dos precursores, sendo ainda assim possível a aplicação em alguns elementos construtivos, como blocos, *pavers* e tijolos.

Nas análises de variância para resistência à tração na flexão e compressão aos 5 e 28 dias, o valor-P menor que 0,05 e o F maior que o F crítico, rejeitam a hipótese nula e verificam diferença estaticamente significativa entre um ou mais grupos (APÊNDICE B).

A fim de demonstrar quais grupos são estatisticamente diferentes entre si, são apresentados os resultados do método de Tukey para as resistências à tração e compressão aos 5 e 28 dias, onde as células sombreadas indicam diferença estatisticamente significativa entre os grupos (APÊNDICE C).

Assim, de acordo com o método de Tukey, apenas são estatisticamente semelhantes entre si os corpos de prova IOT0 e IOT1.5 quando testados para resistência à compressão aos 5 dias. Portanto, a análise de variância indica que somente a adição de 1,5% de sílica ativa aos 5 dias não influenciou o comportamento das matrizes quanto à resistência a compressão.

Confrontando os resultados de resistência à compressão e densidade aparente aos 5 e 28 dias obteve-se as Figuras 26 e 27.

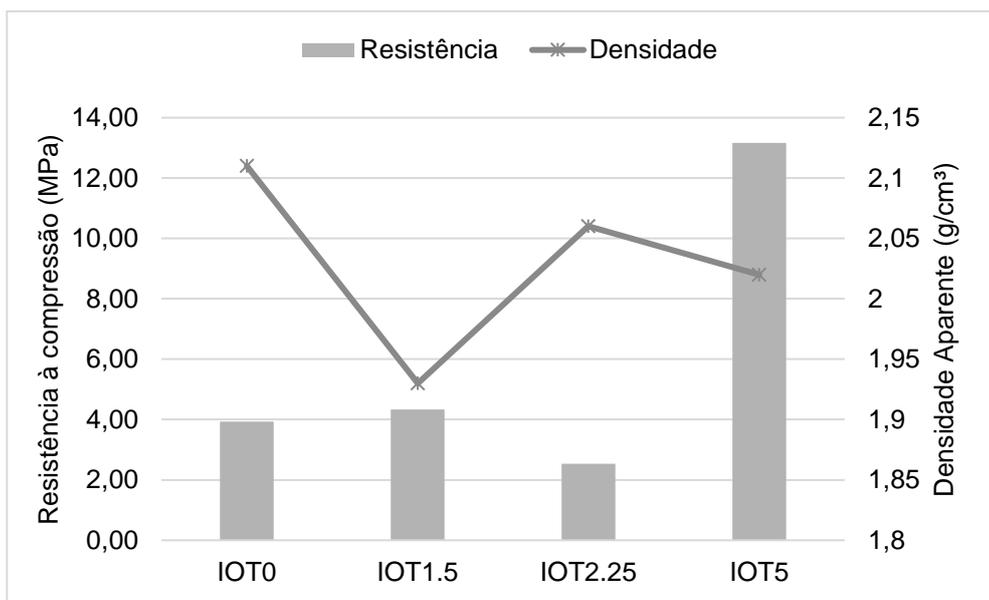


Figura 26 - Resistência à compressão x densidade aparente (5 dias)

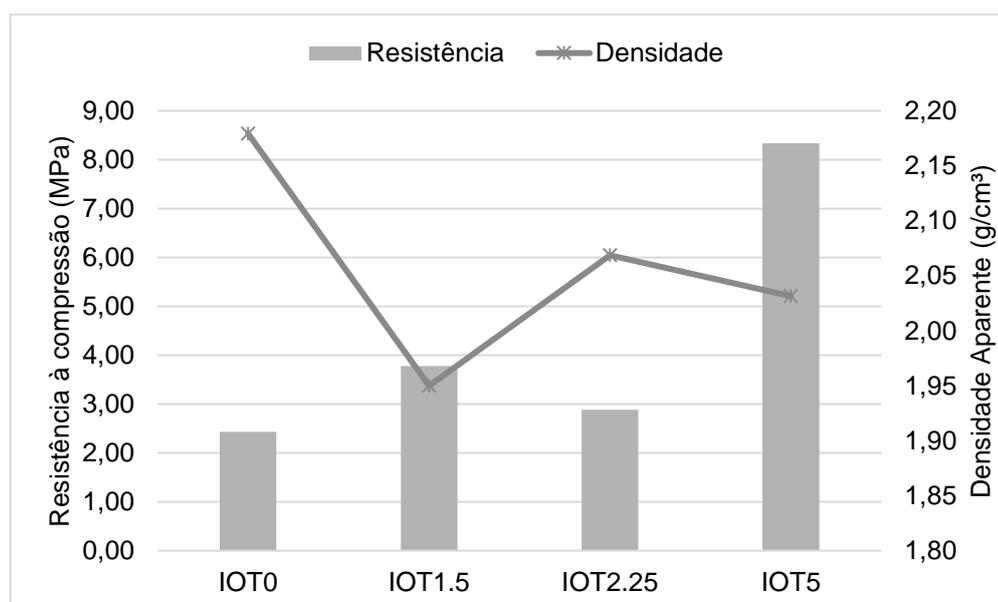


Figura 27 - Resistência à compressão x densidade aparente (28 dias)

Nota-se que a densidade aparente segue a mesma tendência aos 5 e 28 dias. Entretanto, não está clara uma correlação direta entre resistência à compressão e densidade aparente.

De acordo com Rozek *et al.*, (2019), a presença de zeólitas afeta a densidade e a porosidade aparente de matrizes geopoliméricas. Em geral, a densidade e a porosidade são maiores em compósitos que possuem zeólitas quando comparadas aos que não possuem.

Defáveri *et al.*, (2019), ao estudarem geopolímeros baseados em rejeito de barragem de minério de ferro e resíduo de lã de vidro, notaram que as maiores

resistências à compressão obtidas estavam associadas às maiores densidades aparentes e ainda que, pequenas variações nas densidades estavam associadas a grandes ganhos de resistência. Segundo Mehta e Siddique (2016), um arranjo de partículas mais bem empacotado está relacionado à densidade nominal e é um dos principais fatores para o desenvolvimento de propriedades mecânicas. Bai e Colombo (2018) estudaram geopolímeros de metacaulim e afirmam que o tamanho e morfologia dos poros também é um fator que influencia na densidade do material. Segundo Duxson *et al.*, (2005), teoricamente, ligações Si-O-Si são mais fortes que ligações Si-Al-O e Al-O-Al, significando que a resistência dos geopolímeros deveria aumentar com o aumento da relação Si/Al. Entretanto, isso nem sempre acontece, visto que existem outros fatores que podem afetar o comportamento mecânico.

Assim, nota-se que os valores de densidade aparente e resistência mecânica estão relacionados a fatores diversos como: os produtos de geopolimerização formados, o arranjo de partículas, tamanho e morfologia de poros, relação Si/Al, entre outros. Desta forma, os diferentes teores de substituição de IOT por SF podem ter modificado um conjunto de fatores e o comportamento da matriz em geral, tornando-se complexo estabelecer uma relação direta apenas entre a resistência à compressão e a densidade aparente.

Confrontando resistência à compressão, teor de sodalita e teor de amorfo aos 5 e 28 dias, obteve-se as Figuras 28 e 29.

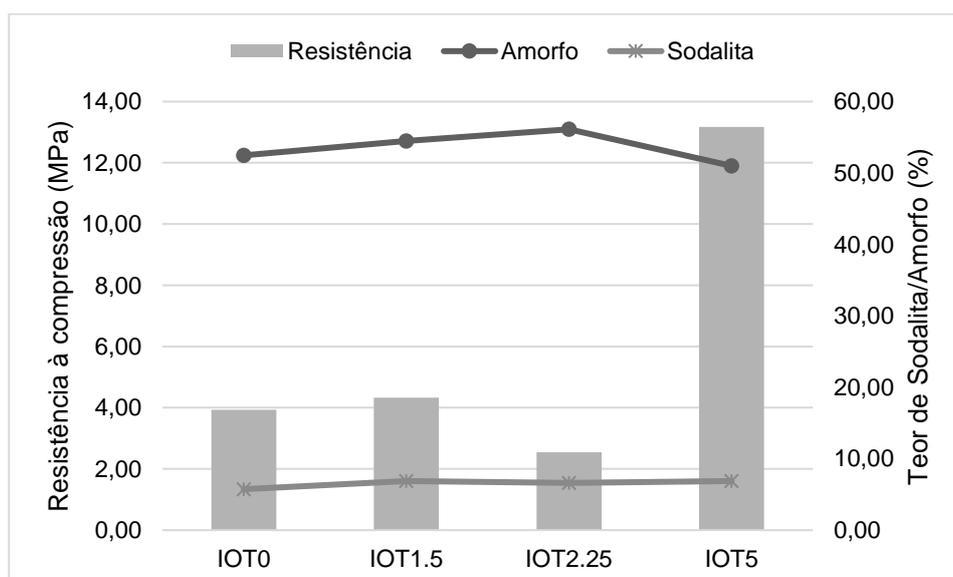


Figura 28 - Resistência à compressão x teor de sodalita x teor de amorfo (5 dias)

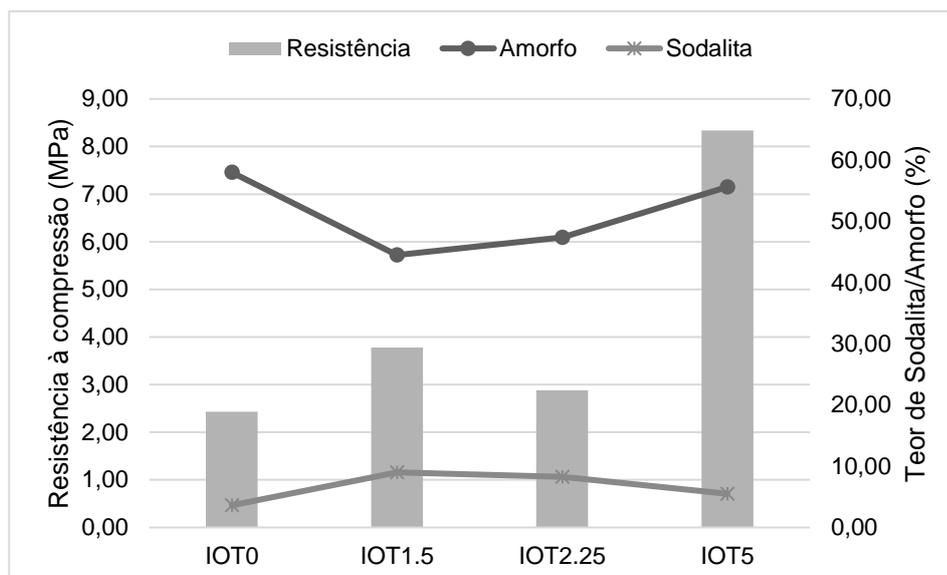


Figura 29 - Resistência à compressão x teor de sodalita x teor de amorfo (28 dias)

Nota-se que aos 5 dias, o teor de sodalita varia apenas entre aproximadamente 6 e 7% e o teor de amorfo entre 51 e 56%. Aos 28 dias, o teor de sodalita varia entre aproximadamente 3,5 e 9% e o teor de amorfo varia entre 44 e 58%.

Aos 5 dias, os dois menores teores de sodalita correspondem aos traços IOT0 e IOT5, que tiveram a menor e maior resistência à compressão, respectivamente. Aos 28 dias, os maiores teores de sodalita correspondem aos traços IOT 1.5 e IOT 2.25, que obtiveram resistências intermediárias. Aos 28 dias, o maior teor de amorfo corresponde ao traço IOT0, que obteve menor resistência à compressão. Entretanto, o segundo maior teor de amorfo corresponde ao traço IOT5, que obteve a maior resistência à compressão. Assim, nas duas idades, não é possível observar uma correlação clara entre a resistência à compressão e os teores de amorfo e sodalita.

Singh e Subramaniam (2016), ao estudarem quantitativamente o teor de amorfo de cinzas volantes de baixo teor de cálcio alcalinamente ativadas, notaram que há uma clara tendência de aumento da resistência à compressão com o aumento do teor de amorfo. Segundo Rozek *et al.*, (2019), o gel N-A-S-H pode ser considerado um precursor de zeólitas. O gel amorfo contém muitas regiões semi cristalinas, que atuam como pontos de nucleação de zeólitas, formando assim cristalitos dentro das partículas do N-A-S-H. Porém, enquanto o gel geopolimérico serve como um suporte forte e durável para as zeólitas, as zeólitas possuem maior área superficial específica, porosidade e capacidade de troca catiônica.

Alguns autores relataram a queda de resistência à compressão com o aumento do teor de sodalita das amostras (Defáveri, Santos, Carvalho, Peixoto, & Brigolini,

2019) (Criado, Fernández-Jiménez, de la Torre, Aranda, & Palomo, 2007). Entretanto, segundo Provis e Deventer (2009) ainda não é possível afirmar se a formação de zeólitas é um fator causador de queda de resistência à compressão ou se um fator mais específico ou uma combinação de fatores causa tanto a formação de zeólitas quanto a perda de resistência.

6 CONCLUSÕES

Os resultados de granulometria a laser do IOT moído por 30 minutos se aproximaram dos resultados encontrados em outros trabalhos na literatura. A comparação de relações Si/Al deste com outros trabalhos mostrou a importância da caracterização mineralógica, que influencia a reatividade das partículas. Notou-se ainda, através do MEV, que tanto o IOT quanto a SF possuíam partículas menores aderidas às partículas maiores.

O volume dos corpos de prova com adição diminuiu com o aumento da porcentagem de sílica ativa adicionada, tanto aos 5 quanto aos 28 dias, o que pode estar relacionado à maior retração das pastas.

A utilização de um precursor não convencional e da metodologia *one part* sem ativação térmica ou mecanoquímica deste precursor produziu matrizes com resistência mecânica suficiente para aplicação em alguns campos do setor construtivo, como produção de blocos intertravados, blocos, tijolos, etc.

A análise de variância ANOVA para a resistência à compressão, mostrou que adições de sílica ativa de 1,5% não influenciaram o comportamento das MAA's aos 5 dias de cura. Em geral, as resistências à tração na flexão e compressão foram menores aos 28 que aos 5 dias.

Os resultados de DRX e FTIR indicaram uma possível dissolução parcial de fases como a goetita e quartzo. Observou-se também, através destas técnicas, a dissolução total das fases caulinita e gibbsita, presentes no IOT, e a formação da zeólita sodalita em todas as MAA's.

Os resultados de FTIR e a quantificação do teor de amorfo pelo método de Rietveld sugerem a formação do gel N-A-S-H nas MAA's tanto aos 5 quanto aos 28 dias de cura.

Por fim, os resultados obtidos demonstram possíveis aplicações de MAA's de rejeitos de minério de ferro com adição de sílica ativa produzidos pelo método *one part* sem ativação térmica ou mecanoquímica do precursor.

7 REFERÊNCIAS

- ABNT . (2010). *Concreto – Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos* .
- ABNT. (2019). *Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova prismáticos*.
- AİTCIN, J. M. (1990). Principles Underlying Production of High-Performance Concrete. *Cement & Concrete Aggregates*.
- ANM. (2018). *Anuário Mineral Brasileiro - Principais Substâncias Metálicas*. Agência Nacional de Mineração.
- Arroudj, k., Zenati, A., Oudjit, M., Bali, A., & Hamou, A. (2011). Reactivity of Fine Quartz in Presence of Silica Fume and Slag. *Scientific Research*.
- Azevedo, A., Strecker, K., & Lombardi, C. (2018). Produção de geopolímeros à base de metacaulim e cerâmica vermelha. *Cerâmica*.
- Bai, C., & Colombo, P. (2018). Processing, properties and applications of highly porous geopolymers: A review. *Ceramics International*.
- Bajpai, R., Choudhary, K., Srivastava, A., Sangwan, K. S., & Singh, M. (2020). Environmental Impact Assessment of Fly Ash and Silica Fume Based Geopolymer Concrete. *Journal of Cleaner Production*.
- Balczár, I., Korim, T., Kovács, A., & Makó, E. (2016). Mechanochemical and Thermal Activation of Kaolin for Manufacturing Geopolymer Mortars – Comparative Study. *Ceramics International*.
- Bedl, A., Singh, b., Deshmukh, S., Adholeya, A., & Barrow, C. (Março de 2018). An *Aspergillus Aculateus* Strain Was Capable of Producing Agriculturally Useful Nanoparticles Via Bioremediation of Iron Ore Tailings. *Journal of Environmental Management*.
- Bezerra, A., França, S., Magalhães, L., & Carvalho, M. (2018). Alkaline activation of high-calcium ash and iron ore tailings and their recycling potential in building materials. *Ambiente Construído*.

- Bowker Associates Science & Research In The Public Interest. (2015). *Samarco Dam Failure Largest By Far In Recorded History*.
- Costa, L. (2019). *Desempenho de Concretos de Escória de Aciaria Frente a Ataque de Cloretos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Ouro Preto.
- Criado, M., Fernández-Jiménez, de la Torre, A., Aranda, M., & Palomo, A. (2007). An XRD study of the effect of the SiO₂/Na₂O ratio on the alkali activation of fly ash. *Cement and Concrete Research* .
- Defáveri, K. C., Santos, L. F., Carvalho, J. M., Peixoto, R. A., & Brigolini, G. (Junho de 2019). Iron Ore Tailing-Based Geopolymer Containing Glass Wool Residue: A Study Of Mechanical And Microstructural Properties. *Construction and Building Materials*.
- Defáveri, K. d. (Junho de 2019). Iron Ore Tailing-Based Geopolymer Containing Glass Wool Residue: A Study of Mechanical and Microstructural Properties. *Construction and Building Materials*.
- Ding, E., Cao, C., Hu, H., Chen, Y., & Lu, X. (2020). Application of Central Composite Design to the Optimization of Fly Ash-Based Geopolymers. *Construction and Building Materials*.
- DNPM. (2001). *Portaria Nº 237*. Departamento Nacional de Produção Mineral.
- DNPM. (2016). *Classificação de Barragens de Mineração*. Departamento Nacional de Produção Mineral .
- Duan, P., C, Y., W, Z., & D., R. (Maio de 2016). Fresh Properties, Compressive Strength and Microstructure of Fly Ash Geopolymer Paste Blended With Iron Ore Tailing Under Thermal Cycle. *Construction and Building Materials*.
- Duan, P., Yan, C., Zhou, W., Luo, W., & Shen, C. (Março de 2015). An Investigation Of The Microstructure And Durability Of A Fluidized Bed Fly Ash–Metakaolin Geopolymer After Heat And Acid Exposure. *Materials and Design*.
- Dutta, D., Thokchom, S., Ghosh, P., & Ghosh, S. (2010). Effect of Silica Fume Additions on Porosity Of Fly Ash Geopolymers. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*.

- Duxson, P., Fernández-Jiménez, A., Provis, J., Lukey, J., Palomo, A., & Deventer, V. (2007). Geopolymer Technology: The Current State of the Art. *Journal of Materials Science*.
- Duxson, P., Provis, J., Lukey, G., Mallicoat, S., Kriven, W., & van Deventer, J. (2005). Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. *Colloids and Surfaces*.
- Fan, F., Liu, Z., Xu, G., Peng, H., & Cai, C. (2018). Mechanical and thermal properties of fly ash based geopolymers. *Construction and Building Materials*.
- Fontes, W., Carvalho, J., Andrade, L., Segadães, A., & Peixoto, R. (2019). Assessment of the use potential of iron ore tailings in the manufacture of ceramic tiles: From tailings-dams to “brown porcelain”. *Construction and Building Materials*.
- Freitas, V., & Breder, S. (Dezembro de 2018). Use of Iron Ore Tailing From Tailing Dam as Catalyst in a Fenton-Like Process for Methylene Blue Oxidation in Continuous Flow Mode. *Chemosphere*.
- Fuentes, M., Zúñiga, A., Díaz, M., Rocha, E., & Díaz, S. (2014). High Energy Milling (HEM) of Mexican Minerals to Produce High Performance Concrete (HPC). *Revista Ingeniería de Construcción*.
- Galiano, Y., Leiva, C., Arenas, C., & Fernández-Pereira, C. (2018). Fly ash based geopolymeric foams using silica fume as pore generation agent. Physical, mechanical and acoustic properties. *Journal of Non-Crystalline Solids*.
- Galvão, J. L., Andrade, H. D., Brigolini, G. J., Peixoto, R. A., & Mendes, J. C. (2018). Reuse of iron ore tailings from tailings dams as pigment for sustainable paints. *Journal of Cleaner Production*.
- Glukhovskiy, V. (1994). Ancient, Modern and Future Concretes. *First Inter. Conf. Alkaline Cements and Concretes*, (pp. 1-8).
- Gökçe, H. S., Tuyan, M., Ramyar, K., & Nehdi, M. L. (2020). Development of Eco-Efficient Fly Ash-Based Alkali-Activated and Geopolymer Composites with Reduced Alkaline Activator Dosage. *Journal of Materials in Civil Engineering*.

- Guo, L., Wu, Y., Xu, F., Song, X., Ye, J., Duan, P., & Zhang, Z. (2020). Sulfate Resistance of Hybrid Fiber Reinforced Metakaolin Geopolymer Composites. *Composites Part B: Engineering*.
- Hasnaoui, A., Ghorbel, E., & Wardeh, G. (2019). Optimization Approach of Granulated Blast Furnace Slag and Metakaolin Based Geopolymer Mortars. *Construction and Building Materials*.
- Henon, J., Alzina, A., Absi, J., Smith, D., & Rossignol, S. (2013). Potassium geopolymer foams made with silica fume pore forming agent for thermal insulation. *Journal of Porous Materials volume* .
- Hernandez, C., De Araujo, A., Valadão, G., & Amarante, S. (2005). Pasting Characteristics of Hematite/Quartz Systems. *Minerals Engineering*.
- Hertel, T., & Pontikes, Y. (2020). Geopolymers, Inorganic Polymers, Alkali-Activated Materials and Hybrid Binders From Bauxite Residue (Red Mud) – Putting Things In Perspective. *Journal of Cleaner Production*.
- Hoffmann, A. T. (2001). *Influência Da Adição De Sílica Ativa, Relação Água/Aglomerante, Temperatura E Tempo De Cura No Coeficiente De Difusão De Cloretos Em Concretos*. Dissertação de Mestrado.
- Hu, Y., Liang, S., Yang, J., Chen, Y., Ye, N., Ke, Y., . . . Xiao, B. (2018). Role of Fe species in geopolymer synthesized from alkali-thermal pretreated Fe-rich Bayer red mud. *Construction and Building Materials*.
- IBRAM. (2018). *Relatório Anual de Atividades*. Instituto Brasileiro de Mineração.
- Jaya, N., Yun-Ming, L., Cheng-Yong, H., Abdullah, M., & Hussin, K. (2020). Correlation Between Pore Structure, Compressive Strength and Thermal Conductivity of Porous Metakaolin Geopolymer. *Construction and Building Materials*.
- Jeong, S., Jeon, J., Cha, J., Kim, J., & Kim, S. (2013). Preparation and evaluation of thermal enhanced silica fume by incorporating organic PCM, for application to concrete. *Energy and Buildings*.
- Jing, L., Qi, W., Jihui, L., & Peng, L. (2009). Synthesis Process of Forsterite Refractory by Iron Ore Tailings. *Journal of Environmental Sciences Supplement*.

- Katpady, D. N., Takewaka, K., Yamaguchi, T., & Akira, Y. (2020). Performance of Slag Based Shirasu Geopolymer Cured Under Ambient Condition. *Construction and Building Materials*.
- Kaya, K., & Soyer-Uzun, S. (2016). Evolution of structural characteristics and compressive strength in red mud–metakaolin based geopolymer systems. *Ceramics International*.
- Kaze, R., Mougam, L., Cannio, M., Rosa, R., Kamseu, E., Melo, U., & Leonelli, C. (2018). Microstructure and engineering properties of Fe₂O₃(FeO)-Al₂O₃-SiO₂ based geopolymer composites. *Journal of Cleaner Production*.
- Ke, X., Bernal, S., Ye, N., Provis, J., & Yang, J. (2015). One-Part Geopolymers Based on Thermally Treated Red Mud/NaOH Blends. *Journal of the American Ceramic Society*.
- Khater, H. (2013). Effect of silica fume on the characterization of the geopolymer materials. *International Journal of Advanced Structural Engineering*.
- Kumar, S., Kristály, F., & Mucsi, G. (2015). Geopolymerisation behaviour of size fractioned fly ash. *Advanced Powder Technology*.
- Lee, N., Khalid, R., & Lee, H. (2016). Synthesis of mesoporous geopolymers containing zeolite phases by a hydrothermal treatment. *Microporous and Mesoporous Materials*.
- Lei, M., Tang, L., Du, H., Peng, L., Tie, B., & Williams, P. (Janeiro de 2019). Safety assessment and application of iron and manganese ore tailings. *Process Safety and Environmental Protection*.
- Lemougna, P., MacKenzie, K., Jameson, J., Rahier, H., & Melo, U. (2013). The Role Of Iron In The Formation Of Inorganic Polymers (Geopolymers) From Volcanic Ash: A ⁵⁷Fe Mössbauer Spectroscopy Study. *Journal of Materials Science*.
- Li, Y., Min, X., Ke, Y., Liu, D., & Tang, C. (2019). Preparation of Red Mud-Based Geopolymer Materials From MSWI Fly Ash and Red Mud by Mechanical Activation. *Waste Management*.

- Liang, G., Zhu, H., Zhang, Z., Wu, Q., & Du, J. (2019). Investigation of the Waterproof Property of Alkali-Activated Metakaolin Geopolymer Added With Rice Husk Ash. *Journal of Cleaner Production*.
- Ma, Y., & Ye, G. (2014). The Shrinkage of Alkali Activated Fly Ash. *Cement and Concrete Research*.
- Malhotra, N., Rocha, I., & Laudisio, M. (2005). *Introdução à Pesquisa de Marketing*. Pearson Prentice Hall.
- Mataalkah, F., Xu, L., Wu, W., & Soroushian, P. (2017). Mechanochemical synthesis of one-part alkali aluminosilicate hydraulic cement. *Materials and Structures*.
- Mehta, A., & Siddique, R. (2016). An overview of geopolymers derived from industrial by-products. *Construction and Building Materials*.
- Mehta, P. K., & Monteiro, P. J. (1994). *Concreto: Estrutura, Propriedades e Materiais*. PINI.
- Mendes, B., Pedroti, L., Fontes, M., & Ribeiro J, C. (Agosto de 2019). Technical and Environmental Assessment of the Incorporation of Iron Ore tailings in Construction Clay Bricks. *Construction and Building Materials*.
- Mucsi, G., Kumar, S., Csőke, B., Kumar, R., Molnár, Z., Rácz, A., . . . Debreczeni, A. (Setembro de 2015). Control of geopolymer properties by grinding of land filled fly ash. *International Journal of Mineral Processing*.
- Neto, A., Cincotto, M., & Repette, W. (Novembro de 2007). Drying and autogenous shrinkage of pastes and mortars with activated slag cement. *Cement and Concrete Research*.
- Ng, C., Alengaram, U. J., Wong, L. S., Mo, K. H., Jumaat, M. Z., & Ramesh, S. (Julho de 2018). A review on microstructural study and compressive strength of geopolymer mortar, paste and concrete. *Construction and Building Materials*.
- Nkwajua, R., Djoboa, J., Noupinga, J., Huiskenb, P., Deutoua, J., & Courard, L. (2019). Iron-rich laterite-bagasse fibers based geopolymer composite: Mechanical, durability and insulating properties. *Applied Clay Science*.

- Özcan, A., & Karakoç, M. B. (2019). Evaluation of Sulfate and Salt Resistance of Ferrochrome Slag and Blast Furnace Slag-Based Geopolymer Concretes. *Structural Concrete*.
- Palomo, A., Fernandez-Jimenez, A., Kovalchuk, G., Ordóñez, L., & Naranjo, M. (2007). Op-c-fly ash cementitious systems: study of gel binders produced during alkaline hydration. *Journal of Materials Science*.
- Palomo, A., Grutzeck, M., & Blanco, M. (1999). Alkali-activated fly ashes – a cement. *Cement and Concrete Research*.
- Provis, J. L., & Deventer, J. S. (2009). *Geopolymers: Structure, processing, properties and industrial applications*. CRC Press.
- Reyes, A., Williams, C., & Alarcón, O. (2013). Nucleation and growth process of sodalite and cancrinite from kaolinite-rich clay under low-temperature hydrothermal conditions. *Materials Research*.
- Richardson, I. (Novembro de 2007). The Calcium Silicate Hydrates. *Cement and Concrete Research*.
- Ríos, C., Williams, C., & Fullen, M. (2008). Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods. *Applied Clay Science*.
- Roche, C., Thygesen, K., & Baker, E. (2017). *Mine Tailings Storage: Safety is no Accident*. UNEP .
- Rostami, M., & Behfarnia, K. (Dezembro de 2016). The Effect of Silica Fume on Durability of Alkali Activated Slag Concrete. *Construction and Building Materials*.
- Rowles, M., Hanna, J., Pike, K., Smith, M., & O'Connor, B. (Dezembro de 2007). Si, Al, H and Na MAS NMR Study of The Bonding Character In Aluminosilicate Inorganic Polymers. *Applied Magnetic Resonance* .
- Rozek, P., Krol, M., & Mozgawa, W. (Maio de 2019). Geopolymer-Zeolite Composites: A Review. *Journal of Cleaner Production*.
- Samarakoon, M., Ranjith, P., Rathnaweera, T., & Perera, M. (Abril de 2019). Recent advances in alkaline cement binders: A review. *Journal of Cleaner Production*.

- Sata, V., Sathonsaowaphak, A., & Chindaprasirt, P. (2012). Resistance of lignite bottom ash geopolymer mortar to sulfate and sulfuric acid attack. *Cement and Concrete Composites*.
- Sedira, N., Gomes, J., Katiuskas, G., Zhou, X., & Vargas, A. (2017). A Review On Mineral Waste For Chemical-Activated Binders: Mineralogical And Chemical Characteristics. *Mining Science*.
- Seto, K., Güneralp, B., & Hutyrá, L. (2012). Global Forecasts of Urban Expansion to 2030 and Impacts on Biodiversity and Carbon Pools. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* , (pp. 16083–16088).
- Singh, G., & Subramaniam, K. (2016). Quantitative XRD study of amorphous phase in alkali activated low calcium siliceous fly ash. *Construction and Building Materials*.
- Souza, J. G. (2017). O Rejeito De Minério De Ferro E Suasaplicações Na Construção Civil. *IX SBEA*.
- Tecnosil. (2020). *Tecnosil*. Acesso em Junho de 2020, disponível em Tecnosil: <https://www.tecnosilbr.com.br/silica-ativa/#:~:text=As%20part%C3%ADculas%20de%20S%C3%ADlica%20Ativa,u ma%20massa%20espec%C3%ADfica%20aparentemente%20baixa>.
- Temuujin, J., Williams, R., & Riessen, A. (Março de 2009). Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature. *Journal of Materials Processing Technology*.
- Torgal, F. P., Labrincha, J., C, L., Palomo, A., & Chindaprasirt, P. (2015). *Handbook of Alkali Activated Cements, Mortars and Concretes*. Elsevier .
- Vaske, N., Campagnolo, J., & Dal Molin, D. (s.d.). Aplicação da argamassa com adição de sílica ativa como material de reforço em elementos comprimidos de concreto. *Ambiente Construído*.
- Walker, R., & Pavía, S. (2010). Physical properties and reactivity of pozzolans, and their influence on the properties of lime–pozzolan pastes. *Materials and Structures*.

- Wang, S., & Scrivener, K. (1995). Hydration products of alkali activated slag cement. *Cement and Concrete Research*, 561-571.
- Wolff, A., & Costa, G. (2009). *Caracterização de Rejeitos de Minério de Ferro de Minas da Vale*. Dissertação de Mestrado.
- Wu, X., D.M, R., & C.A, L. (1983). Early Stage Hydration of Slag-Cement. *Cement & Concrete Research*, 277–286.
- Yang, T., Zhu, H., & Zhang, Z. (Julho de 2017). Influence of fly ash on the pore structure and shrinkage characteristics of metakaolin-based geopolymer pastes and mortars. *Construction and Building Materials*.
- Ye, N. Y. (Fevereiro de 2016). Synthesis and strength optimization of one-part geopolymer based on red mud. *Construction and Building Materials*.
- Zhang, H., Qiu, G., Kodur, V., & Yuan, Z. (2020). Spalling Behavior of Metakaolin-fly Ash Based Geopolymer Concrete Under Elevated Temperature Exposure. *Cement and Concrete Composites*.

APÊNDICE A – TABELAS ANOVA PARA DENSIDADE APARENTE

Tabela A.1 – ANOVA (Densidade Aparente aos 5 dias)

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	3	6,319905037	2,106635012	0,000162
IOT1.5	3	5,804639561	1,934879854	9,03E-05
IOT2.25	3	6,193868461	2,06462282	4,79E-05
IOT5	3	6,066192734	2,022064245	0,000297

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,048496996	3	0,016165665	108,2859	8,13E-07	4,066181
Dentro dos grupos	0,001194295	8	0,000149287			
Total	0,049691291	11				

Tabela A.2 - ANOVA (Densidade Aparente aos 28 dias)

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	3	6,537740328	2,179246776	0,000195
IOT1.5	3	5,849726272	1,949908757	0,000779
IOT2.25	3	6,205585609	2,068528536	0,001362
IOT5	3	6,094019802	2,031339934	0,000159

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,081611677	3	0,027203892	43,61236	2,65E-05	4,066181
Dentro dos grupos	0,004990125	8	0,000623766			
Total	0,086601802	11				

APÊNDICE B – TABELAS ANOVA PARA RESISTÊNCIA MECÂNICA

Tabela B.1 - ANOVA - Compressão 5 dias

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	4	15,71	3,93	0,04
IOT1.5	4	17,30	4,33	0,13
IOT2.25	4	10,14	2,54	0,03
IOT5	4	52,66	13,17	0,23

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	281,78	3	93,93	893,549	0,0000000000000023	3,49
Dentro dos grupos	1,26	12	0,11			
Total	283,04	15				

Tabela B.2 - ANOVA - Compressão 28 dias

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	4	9,7	2,425	0,004967
IOT1.5	4	15,12	3,78	0,100867
IOT2.25	4	11,51	2,8775	0,004492
IOT5	4	33,34	8,335	0,005767

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	88,31571875	3	29,4386	1014,322	0,0000000000000011	3,49029
Dentro dos grupos	0,348275	12	0,02902			
Total	88,66399375	15				

Tabela B.3 - ANOVA - Flexão 5 dias

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	2	2,29541	1,14771	0,00029
IOT1.5	2	4,78277	2,39139	0,00025
IOT2.25	2	1,90991	0,95496	0,00663
IOT5	2	8,82333	4,41167	0,001

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	15,16551692	3	5,05517	2473,92	5,43954E-07	6,59138
Dentro dos grupos	0,008173553	4	0,00204			
Total	15,17369047	7				

Tabela B.4 - ANOVA - Flexão 28 dias

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
IOT0	2	1,60118	0,80059	3,2E-05
IOT1.5	2	2,16105	1,08053	0,000564
IOT2.25	2	1,83313	0,91657	0,000619
IOT5	2	8,82333	4,41167	0,001003

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	18,23538853	3	6,07846	10960,16	2,7741E-08	6,59138
Dentro dos grupos	0,002218384	4	0,00055			
Total	18,23760691	7				

APÊNDICE C – MÉTODO TUKEY PARA RESISTÊNCIA MECÂNICA

Tabela C.1 - Método Tukey

Compressão – 5 dias				
	IOT0	IOT1.5	IOT2.25	IOT5
IOT0		3,5E-01	2,8E-04	4,1E-13
IOT1.5	2,5E+00		2,5E-05	5,8E-13
IOT2.25	8,6E+00	1,1E+01		1,2E-13
IOT5	5,7E+01	5,5E+01	6,6E+01	

Compressão – 28 dias				
	IOT0	IOT1.5	IOT2.25	IOT5
IOT0		5,2E-07	1,3E-02	7,1E-14
IOT1.5	1,6E+01		3,8E-05	6,7E-13
IOT2.25	5,3E+00	1,1E+01		1,4E-13
IOT5	6,9E+01	5,3E+01	6,4E+01	

Tração – 5 dias				
	IOT0	IOT1.5	IOT2.25	IOT5
IOT0		5,3E-05	4,3E-02	2,5E-10
IOT1.5	3,9E+01		2,7E-05	1,8E-06
IOT2.25	6,0E+00	4,5E+01		4,4E-11
IOT5	1,0E+02	6,3E+01	1,1E+02	

Tração – 28 dias				
	IOT0	IOT1.5	IOT2.25	IOT5
IOT0		1,0E-03	2,7E-02	9,2E-14
IOT1.5	1,7E+01		7,7E-03	9,2E-14
IOT2.25	7,0E+00	9,8E+00		9,2E-14
IOT5	2,2E+02	2,0E+02	2,0E+02	

