

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**ANÁLISE MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE REJEITO  
DE MINÉRIO DE OURO ESTABILIZADO COM SOLUÇÃO  
POLIMÉRICA**

**GIOVANNA MONIQUE ALELVAN, MSc**

**ORIENTADORA: MICHÉLE DAL TOÉ CASAGRANDE, DSc**

**COORIENTADOR: NILO CESAR CONSOLI, PhD**

**DOUTORADO EM GEOTECNIA**

**BRASÍLIA/DF: 03 FEVEREIRO DE 2022**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL**

**ANÁLISE MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE REJEITO DE  
MINÉRIO DE OURO ESTABILIZADO COM SOLUÇÃO POLIMÉRICA**

**GIOVANNA MONIQUE ALELVAN, MSc**

**TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL DA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A  
OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR.**

**APROVADA POR:**

**MICHÉLE DAL TOÉ CASAGRANDE, DSc**  
**(Universidade de Brasília - UnB)**  
**(ORIENTADORA)**

**NILO CESAR CONSOLI, PhD**  
**(Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS)**  
**(COORIENTADOR)**

**ANDRÉ PACHECO DE ASSIS, PhD**  
**(Universidade de Brasília - UnB)**  
**(EXAMINADOR INTERNO)**

**KARLA MARIA WINGLER REBELO, DSc**  
**(Universidade Federal do Espírito Santo - UFES)**  
**(EXAMINADORA EXTERNA)**

**RAQUEL QUADROS VELLOSO, DSc**  
**(Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro - PUC-Rio)**  
**(EXAMINADORA EXTERNA)**

**BRASÍLIA/DF, 03 DE FEVEREIRO DE 2022.**

## FICHA CATALOGRÁFICA

ALELVAN, GIOVANNA MONIQUE

Análise Mecânica e Microestrutural de Rejeito de Minério de Ouro

Estabilizado com Solução Polimérica (Distrito Federal) 2022.

xxii, - 171 p., 210 x 297 mm (ENC/FT/UnB, Doutor, Geotecnia, 2022)

Tese de Doutorado - Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental.

1. Novos Materiais Geotécnicos      2. Rejeito de Minério de Ouro

3. Solução Polimérica                4. Estabilização

I. ENC/FT/UnB                            II. Título (série)

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ALELVAN, G. M. (2022). Análise Mecânica e Microestrutural de Rejeito de Minério de Ouro Estabilizado com Solução Polimérica. Tese de Doutorado, Publicação G.DM – 343/2022 Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 171p.

## CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: GIOVANNA MONIQUE ALELVAN

TÍTULO DA TESE DE DOUTORADO: Análise Mecânica e Microestrutural de Rejeito de Minério de Ouro Estabilizado com Solução Polimérica

GRAU / ANO: Doutor /2022.

É concedida à Universidade de Brasília a permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta tese de doutorado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

---

Giovanna Monique Alelvan  
SHCGN 716, Bloco M, apto 403 – Asa Norte  
CEP: 70770-743 – Brasília/DF – Brasil

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	1
1.1. IDENTIFICAÇÃO DO PROBELMA .....	2
1.2. JUSTIFICATIVA .....	2
1.3. HIPÓTESE .....	3
1.4. OBJETIVOS .....	3
1.5. ESTRUTURA DA TESE .....	4
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	5
2.1. REJEITOS DE MINERAÇÃO .....	6
2.1.1. PROCESSO DE EXPLORAÇÃO MINERAL .....	6
2.1.2. CONTRIBUIÇÕES DA GEOLOGIA PARA O ENTENDIMENTO DO COMPORTAMENTO DOS REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO .....	7
2.1.3. CONTRIBUIÇÕES DA MECÂNICA DOS SOLOS PARA O ENTENDIMENTO DO COMPORTAMENTO DOS REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO .....	9
2.1.4. FENÔMENOS INTERFACIAIS NOS REJEITOS DE MINÉRIOS .....	11
2.2. MELHORAMENTO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS .....	13
2.3. SOLUÇÕES DE ESTABILIZAÇÃO PARA MATERIAIS GEOTÉCNICOS .....	14
2.3.1. ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA POLIMÉRICA .....	15
2.3.1.1. POLÍMEROS .....	16
2.3.1.2. INTERAÇÃO MATRIZ-POLÍMERO .....	17
2.3.1.3. ESTUDOS DE CASO .....	19
2.3.2. ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA COM CAL .....	19
2.3.3. ESTABILIZAÇÃO DE REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO .....	20
2.4. SOLUÇÕES DE REFORÇO .....	23
2.4.1. FIBRAS DE REFORÇO .....	24
2.4.2. REFORÇO COM FIBRAS EM MATERIAIS ESTABILIZADOS QUIMICAMENTE .....	26
2.4.3. MODELOS PARA PREVISÃO DO COMPORTAMENTO DE MATERIAIS REFORÇADOS COM FIBRAS .....	28
2.5. ESTUDOS DE DOSAGEM .....	31
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	34
3.1. MATERIAIS .....	34
3.1.1. REJEITO DE MINÉRIO DE OURO .....	34
3.1.2. POLÍMERO .....	37
3.1.3. FIBRAS DE POLIPROPILENO .....	38

3.1.4. CAL HIDRATADA .....	38
3.1.5. MOLDAGEM DOS COMPÓSITOS .....	39
3.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL .....	40
3.2.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA .....	45
3.2.1.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA .....	45
3.2.1.2. MASSA ESPECÍFICA DOS GRÃOS .....	45
3.2.1.3. ENSAIO DE COMPRESSÃO PROCTOR NORMAL .....	46
3.2.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA .....	46
3.2.2.1. RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO SIMPLES .....	46
3.2.2.2. RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO .....	48
3.2.2.3. SUCÇÃO MATRICIAL .....	49
3.2.2.4. MÓDULO A PEQUENAS DEFORMAÇÕES ( $M_0$ ) .....	50
3.2.3. CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA .....	51
3.2.3.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX) .....	51
3.2.3.2. ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (XRF/EDX) .....	52
3.2.4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL .....	52
3.2.4.1. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (microCT) .....	52
3.2.4.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	53
3.2.4.3. MICROSCOPIA ÓPTICA (MO) .....	55
3.2.5. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA .....	55
3.2.5.1. MÉTODO DO PHMETRO .....	55
3.2.5.2. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (ATG) .....	56
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	57
4.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA .....	57
4.1.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA .....	57
4.1.2. MASSA ESPECÍFICA DOS GRÃOS .....	58
4.1.3. ENSAIO DE COMPACTAÇÃO – PROCTOR NORMAL .....	59
4.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA .....	62
4.2.1. RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO SIMPLES .....	62
4.2.1.1. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO (RP) .....	64
4.2.1.2. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO-CAL (RPC) .....	72
4.2.1.3. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO-FIBRA (RPF) .....	78
4.2.2. RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO .....	83
4.2.2.1. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO (RP) .....	85
4.2.2.2. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO-CAL (RPC) .....	94
4.2.2.3. COMPÓSITOS REJEITO-POLÍMERO-FIBRA (RPF) .....	100

4.2.2.4. CONCLUSÕES SOBRE O COMPORTAMENTO MECÂNICO DOS COMPÓSITOS	100
4.2.3. SUCÇÃO MATRICIAL	112
4.2.4. ESTUDOS DE DOSAGEM	114
4.2.4.1. COMPÓSITO REJEITO-POLÍMERO (RP)	114
4.2.4.2. COMPÓSITO REJEITO-POLÍMERO-CAL (RPC)	119
4.2.4.3. COMPÓSITO REJEITO-POLÍMERO-FIBRA (RPF)	121
4.2.5. MÓDULO A PEQUENAS DEFORMAÇÕES	123
4.3. CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA	131
4.3.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)	131
4.3.2. ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (XRF/EDX)	134
4.4. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	135
4.4.1. MÉTODO DO PHMETRO	135
4.4.2. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (ATG)	136
4.5. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	138
4.5.1. MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)	138
4.5.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	140
4.5.3. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (microCT)	144
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	154
6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	161
REFERÊNCIAS	162
APÊNDICES	168

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à Deus. A Ele toda honra e toda glória.

Aos meus pais, Sandra e Jiuvan, e a minha irmã, Debora, obrigada pelas oportunidades criadas e pelo apoio incondicional. Ao meu amor Fabio Sakamoto, obrigada por tudo. Ao Tako, que nos preenche de amor diariamente. Aos meus amigos, agradeço todos os momentos de alegrias, companheirismo, acolhimento e aprendizado.

À minha querida orientadora Michéle Casagrande, que acreditou em mim e me acolheu. Renovou meus compromissos e me ajudou a reencontrar meu caminho. Nunca vou conseguir agradecer-lá o suficiente. Ao meu coorientador Prof. Nilo Consoli que foi uma grande inspiração para esse trabalho. É um privilégio ser orientada por essa dupla.

Às grandes mulheres professoras que marcaram minha vida acadêmica e que tenho a sorte de tê-las como exemplo de força, representatividade e acolhimento. Karla Wingler, Simone Hashiguti e Yaeko Yamashita, gratidão pela sua vida! Vocês são necessárias nesse mundo e nesse meio!

Aos laboratórios, técnicos e parceiros que apoiaram esta pesquisa: Laboratório de Geotecnia, Laboratório de Raio-X e Laboratório de Propriedades Físicas das Rochas do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília; Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura da Universidade Federal de Uberlândia; Laboratório de Geotecnia da Diretoria de Tecnologia do Departamento de Estradas de Rodagem do Distrito Federal (DER-DF). À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

Esta pesquisa foi conduzida em grande parte durante os anos que enfrentamos uma pandemia, algo que jamais esperaríamos viver nesta geração. Esse período exigiu reinvenção, resiliência e paciência. Essas que parecem ser características comuns aos estudantes de pós-graduação, pesaram muito na manutenção das atividades acadêmicas e da estabilidade emocional, vendo o mundo em luto.

Foi um momento de profunda reflexão sobre o que realmente importa na vida. E um dos grandes aprendizados que eu levo desses anos acadêmicos é a importância da saúde mental. É urgente e necessário parar de normalizar que a caminhada acadêmica precisa ser penosa e de constante ansiedade. É preciso encontrar uma maneira saudável de conduzir a pesquisa e as relações sociais nesse meio.

Humanizar as relações é o que vai nos fortalecer como grupo e indivíduos. Todos somos seres com capacidades e aptidões diversas e interesses distintos. Nenhuma vida se limita ou se define apenas a títulos.

Assim, desejo que a experiência acadêmica nos traga mais que títulos, mas que nos beneficie com mais humanidade, empatia e sororidade especialmente entre nós mulheres. Que aprendamos a ter orgulho da nossa caminhada e não apenas dos resultados. Desejo que sejamos capazes de criar um ambiente saudável, deixando velhos padrões tóxicos para trás, por meio de uma educação realmente libertadora.

*“Great is Your faithfulness to me”*

*“Em algum momento vi, de cima, olhando só  
Mais do que rios, li padrões do que virei  
Fui e voltei de mim, com cicatrizes sim  
Mas com bagagem, que não tem preço.*

*Ao enxergar só bem e me assustar com o mal,  
Eu me envelopei, virei cartão postal  
Para alguns, ponto de luz  
Para outros, irreal  
Alma de sonhador, no mundo digital.*

*Vou até onde eu aguentar, vou até onde me derrubar  
E levanto, leve ando.*

*Tive que ser ator, fingir estar ali  
De corpo e alma, não pertencia*

*E se for para jogar o jogo ele mudar  
De dentro eu mudo, não fico mudo.”*

*(Cartão Postal - Scalene, 2019)*

# ANÁLISE MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE REJEITO DE MINÉRIO DE OURO ESTABILIZADO COM SOLUÇÃO POLIMÉRICA

## RESUMO

Os desastres relacionados ao armazenamento de rejeitos da mineração ocorridos nos últimos anos despertaram o interesse da Geotecnia em técnicas para reuso destes resíduos como materiais construtivos. O desafio é grande visto a enorme quantidade de material gerada e, normalmente, grandes distâncias médias de transporte. Contudo, técnicas de estabilização e reforço são alternativas promissoras para destinar pelo menos parte desse material a obras geotécnicas. Neste sentido, esta tese avalia o comportamento mecânico e microestrutural de um rejeito de minério de ouro no estado puro e estabilizado com uma solução polimérica ainda não aplicada na literatura nessas condições. Avaliou-se ainda a melhoria deste compósito com o uso de cal (prática de campo para solos argilosos estabilizados com este polímero) e com reforço de fibras de polipropileno. Os compósitos foram investigados utilizando a metodologia do experimento fatorial 2k estabelecendo dois níveis para os fatores: teor polimérico (6% e 9%), tempo de cura (7 e 28 dias) e massa específica (1,7 g/cm<sup>3</sup> e 1,8 g/cm<sup>3</sup>). Esses materiais primeiramente foram caracterizados por meio da determinação da granulometria, da massa específica e da curva de compactação na energia Proctor Normal. Para a análise mecânica foram conduzidos ensaios de resistência à compressão simples, cisalhamento direto, sucção total e determinação do módulo a pequenas deformações. A caracterização mineralógica foi feita com os ensaios de Difração de Raios-X e Espectrometria de Fluorescência de Raios-X. A análise microestrutural contou com ensaios de Microtomografia Computadorizada, Microscopia Eletrônica de Varredura e Microscopia Ótica. A análise química avaliou os valores do pH pelo método do pHmetro e o desempenho térmico pela Análise Termogravimétrica. Os resultados dos ensaios indicam a viabilidade do uso deste estabilizante como opção para reuso dos rejeitos de minério de ouro em estruturas geotécnicas. A resistência a compressão simples do compósito atingiu valores próximos a 2 MPa, especialmente para um teor polimérico de 9% em massa. A inserção das fibras poliméricas no compósito rejeito-polímero melhorou consideravelmente o comportamento dúctil do material. Os resultados do ensaio de cisalhamento direto demonstraram que a atuação do polímero está no efeito coesivo gerado nas partículas. Os resultados de microtomografia confirmam essa constatação, indicando ainda queda na porosidade e, portanto, na permeabilidade do material estabilizado. Por fim, observa-se que o manejo desta solução é simplificado em campo, sendo que sua aplicação requer apenas técnicas e equipamentos comuns na prática geotécnica.

# ANÁLISE MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE REJEITO DE MINÉRIO DE OURO ESTABILIZADO COM SOLUÇÃO POLIMÉRICA

## ABSTRACT

To develop a more sustainable mining industry, alternatives for waste disposal need to be considered. The main challenge is the enormous amount of waste generated. Therefore, the use of tailings as construction materials in geotechnical structures is an alternative that requires immediate investigation. Reinforcement and stabilization techniques are necessary to improve the geotechnical characteristics of the tailings. In this sense, this thesis evaluates the mechanical and microstructural behavior of gold ore tailings in the pure state and stabilized with a polymeric solution still not reported in the literature. The improvement of this composite was also evaluated with the use of lime (field practice for clay soils stabilized with this polymer) and with the reinforcement of polypropylene fibers. The composites were investigated using the methodology of factorial experiment  $2^k$  establishing two levels for the factors: polymer content (6% and 9%), curing time (7 and 28 days), and specific mass ( $1.7 \text{ g/cm}^3$  and  $1.8 \text{ g/cm}^3$ ). These materials were firstly characterized by determining the grain size distribution, the specific unit mass, and the compaction curve in Normal Proctor energy. For the mechanical analysis, tests were conducted for unconfined compressive strength, direct shear test, total suction, and determination of the modulus at small strains. The mineralogical characterization was done with X-ray diffraction and X-ray Fluorescence Spectrometry tests. Microstructural analysis was carried out using X-ray Microtomography, Scanning Electron Microscopy, and Optical Microscopy tests. The chemical analysis evaluated the pH values and the thermal performance by Thermogravimetric Analysis. The test results indicate the feasibility of using this stabilizer as an option for the reuse of gold ore tailings in geotechnical structures. The unconfined compressive strength of the composite reached values close to 2 MPa, especially for a polymer content of 9% by mass. The insertion of polymeric fibers in the tailings-polymer composite considerably improved the ductile behavior of the material. The results of the direct shear test showed that the performance of the polymer is in the cohesive effect generated in the particles. The microtomography indicated a decrease in porosity and, therefore, in permeability of the stabilized material. Finally, the application of this technique in the field is simple, and requires only common equipment for geotechnical practice.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Estrutura dos solos (a) floculada; (b) dispersa.	10
Figura 2.2. Processo de floculação polimérica (modificado - Kitchener, 1972 apud Oliveira <i>et al.</i> , 2010)	17
Figura 2.3. Diagrama ilustrativo da interação entre polímeros neutros e argilas. (a) antes adsorção do polímero; (b) após a dessorção das partículas de água. (modificado – Huang <i>et al.</i> , 2021).	18
Figura 2.4. Resistência ao cisalhamento sob condições triaxiais para compósitos solo-fibra (Zornberg, 2002).	28
Figura 2.5. Envoltórias de ruptura para solos reforçados com fibras (Zornberg, 2002).	30
Figura 3.1. Fluxograma de Processos – Kinross. (Silva <i>et al.</i> , 2015).	35
Figura 3.2. Rejeito de minério de ouro (a) durante o recebimento; (b) material seco.	35
Figura 3.3. Fragmentos rochosos encontrados no rejeito.	36
Figura 3.4. Comparação entre amostra seca e destorroadada.	36
Figura 3.5. Soluções poliméricas: SP40 e SP60.	39
Figura 3.6. Materiais para o compósito rejeito-polímero-fibra (RPF).	39
Figura 3.7. Compósitos rejeito-polímero-cal (RPC).	40
Figura 3.8. Sistema para controle da homogeneidade da mistura (a) Arduíno UNO; (b) sensor de umidade; (c) calibração do sensor para meio seco.	44
Figura 3.9. Corpo de prova para ensaio de compressão simples.	47
Figura 3.10. Corpos de prova de cisalhamento direto.	48
Figura 3.11. Equipamento WP4C.	49
Figura 3.12. Equipamento de ultrassom.	50
Figura 3.13. Medição de velocidade sônica em corpo de prova de compressão simples.	50
Figura 3.14. Microtomógrafo SkyScan 1172 – LPRF/UnB.	52
Figura 3.15. Corpo de prova para ensaio de microtomografia. (a) amostra na base do equipamento; (b) volume de interesse.	53
Figura 3.16. Microscopia Eletrônica de Varredura –LAMEV-UFU.	54
Figura 3.17. Metalização das amostras para MEV.	54

Figura 3.18. Microscópio eletrônico.	55
Figura 3.19. Ensaio de determinação do teor de cal. (a) pHmetro; (b) soluções tampão.	56
Figura 4.1. Curva granulométrica do rejeito puro.	57
Figura 4.2. Curvas de compactação e programa de ensaios de compressão simples.	59
Figura 4.3. Compressão simples para diferentes teores de solução polimérica para 14 dias de cura.	62
Figura 4.4. RCS para diferentes teores de solução polimérica.	63
Figura 4.5. Corpos de prova após ensaio de compressão simples. (a) RO; (b) RP_10; (c) RP_20; (d) RP_30; (e) RP_40; (f) RP_50; (g) RP_60.	64
Figura 4.6. Resistência à compressão simples para a solução de 40%.	65
Figura 4.7. Resistência à compressão simples para a solução de 60%.	66
Figura 4.8. Gráfico de Pareto das interações.	69
Figura 4.9. Interação teor de polímero com a massa específica.	69
Figura 4.10. Interação do tempo de cura com a massa específica. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	70
Figura 4.11. Interação teor de polímero com tempo de cura. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	71
Figura 4.12. Comparação máximo 60% para solução 80%.	71
Figura 4.13. Resistência à compressão simples para a solução de 40% com cal.	72
Figura 4.14. Resistência à compressão simples para a solução de 60%.	73
Figura 4.15. Gráfico de Pareto das interações.	75
Figura 4.16. Interação teor de polímero com a massa específica.	76
Figura 4.17. Interação do tempo de cura com a massa específica. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	77
Figura 4.18. Interação teor de polímero com tempo de cura (a) 7 dias; (b) 28 dias.	77
Figura 4.19. Resistência a compressão simples para compósito de S40% e fibras.	78
Figura 4.20. Resistência a compressão simples para compósito de S60% e fibras.	79
Figura 4.21. Gráfico de Pareto das interações.	81
Figura 4.22. Interação teor de polímero com a massa específica.	82

Figura 4.23. Interação teor de polímero com tempo de cura. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	82
Figura 4.24. Interação teor de polímero com tempo de cura (a) 7 dias; (b) 28 dias.	83
Figura 4.25. Tensão de cisalhamento por deslocamento horizontal.	84
Figura 4.26. Envoltórias de ruptura para o rejeito puro (RO).	85
Figura 4.27. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,7_40.	86
Figura 4.28. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,8_40.	86
Figura 4.29. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,7_60.	87
Figura 4.30. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,8_60.	88
Figura 4.31. Envoltória de ruptura para os compósitos RP_40.	89
Figura 4.32. Envoltória de ruptura para os compósitos RP_SP60.	89
Figura 4.33. Interação teor de polímero e peso específico para o intercepto coesivo.	91
Figura 4.34. Interação tempo de cura e massa específica com relação ao intercepto coesivo.	92
Figura 4.35. Interação do tempo de cura e do teor de polímero com relação ao intercepto coesivo. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	92
Figura 4.36. Interação teor de polímero e peso específico para o ângulo de atrito.	93
Figura 4.37. Interação tempo de cura e massa específica com relação ao ângulo de atrito.	93
Figura 4.38. Interação tempo de cura e teor de polímero com relação ao ângulo de atrito. (a) 7 dias; (b) 28 dias.	94
Figura 4.39. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RPC_1,7_40.	94
Figura 4.40. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RPC_1,8_40.	95
Figura 4.41. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,7_60.	95
Figura 4.42. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP_1,8_60.	96
Figura 4.43. Envoltória de ruptura para os compósitos RPC_40.	97
Figura 4.44. Envoltória de ruptura para os compósitos RPC_60.	97
Figura 4.45. Interação dos fatores controláveis com as variáveis resposta. (a) interação tempo de cura com a massa específica com relação ao intercepto coesivo; (b) interação tempo de cura com massa específica em relação ao ângulo de atrito; (c) interação teor de polímero e massa	99

específica com relação ao intercepto coesivo; (d) interação teor de polímero e massa específica com relação ao ângulo de atrito.	
Figura 4.46. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF_1,7_40.	100
Figura 4.47. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF_1,8_40.	100
Figura 4.48. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF_1,7_60.	101
Figura 4.49. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF_1,8_60.	101
Figura 4.50. Envoltória de ruptura para os compósitos RPF_40.	102
Figura 4.51. Envoltória de ruptura para os compósitos RPF_60.	102
Figura 4.52. Interação entre o teor de polímero e a massa específica com relação ao intercepto coesivo.	104
Figura 4.53. Interação entre o teor de polímero e a massa específica com relação ao ângulo de atrito.	104
Figura 4.54. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao intercepto coesivo. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.	105
Figura 4.55. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.	105
Figura 4.56. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.	106
Figura 4.57. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.	106
Figura 4.58. Comparação dos parâmetros de coesão e ângulo de atrito para massa específica de 1,7 g/cm <sup>3</sup> .	109
Figura 4.59. Comparação dos parâmetros de coesão e ângulo de atrito para massa específica de 1,8 g/cm <sup>3</sup> .	110
Figura 4.60. Curva característica dos compósitos.	113

Figura 4.61. Microscopia ópticas das amostras com 7 dias. (a) RO; (b) RP40%; (c) RP60%.	114
Figura 4.62. Relação da RCS com o parâmetro porosidade teor polimérico.	116
Figura 4.63. Resistência à compressão simples normalizada para ambos os tempos de cura.	117
Figura 4.64. Relação entre o índice porosidade/teor polimérico pelo valor absoluto das tensões normais e cisalhantes.	118
Figura 4.65. Relação entre o índice porosidade/teor polimérico pelo valor absoluto das tensões normais e cisalhantes normalizado.	119
Figura 4.66. Relação da RCS com o índice de porosidade e teor volumétrico de polímero para os compósitos RPC.	120
Figura 4.67. Resistência à compressão simples normalizada para ambos tempos de cura.	121
Figura 4.68. Relação da RCS com o índice de porosidade e teor volumétrico de polímero para os compósitos RPF.	122
Figura 4.69. Resistência à compressão simples normalizada para os compósitos RPF aos 28 dias.	123
Figura 4.70. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.	127
Figura 4.71. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.	129
Figura 4.72. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.	131
Figura 4.73. Ensaio de DRX para o rejeito puro e compósito.	132
Figura 4.74. Componentes químicos do rejeito puro.	134
Figura 4.75. Curva pH x teor de cal.	135
Figura 4.76. Resultado das análises de TGA e DTA para o rejeito puro e compósito RP.	137

Figura 4.77. Imagens de microscopia óptica (a) rejeito puro; (b) solução de 10%; (c) solução 20%; (d) solução 30%; (e) solução 40%; (f) solução 50%.	139
Figura 4.78. Imagens de microscopia óptica. (a) fibras de polipropileno; (b) fibras em polipropileno e rejeito de minério de ouro.	140
Figura 4.79. Imagens de microscopia óptica mostrando a atração das partículas de rejeito as fibras de polipropileno.	140
Figura 4.80. Microscopia eletrônica de varredura no rejeito puro.	141
Figura 4.81. Microscopia eletrônica de varredura nos compósitos. (a) solução 10%; (b) solução 20%; (c) solução 30%; (d) solução 40%; (e) solução 50%; (f) material cisalhado.	142
Figura 4.82. Microscopia eletrônica de varredura na cal virgem.	143
Figura 4.83. Microscopia eletrônica de varredura nos compósitos RPF.	144
Figura 4.84. Captura bidimensional. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.	145
Figura 4.85. Imagens bidimensionais. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.	145
Figura 4.86. Análise bidimensional da porosidade para rejeito puro, RP e RPF.	146
Figure 4.87. Número de poros fechados. (a) rejeito puro; (b) compósito.	147
Figure 4.88. Análise tridimensional do rejeito puro.	148
Figure 4.89. Análise tridimensional do compósito RP.	148
Figure 4.90. Análise tridimensional do compósito RPF.	148
Figure 4.91. Distribuição da porosidade aberta e fechada. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.	150
Figure 4.92. Comparação entre a porosidade total e a distribuição polimérica no compósito RP.	151
Figure 4.93. Distribuição do tamanho dos poros para o rejeito puro, RP e RPF.	152
Figura 4.94. Imobilização dos elementos pesados.	153

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Propriedades de algumas fibras vegetais (Giacomini, 2003; Spinacé <i>et al</i> , 2009; Silveira, 2018 <i>apud</i> Sotomayor, 2018)	24
Tabela 2.2. Propriedades de algumas fibras minerais (Curcio, 2001 <i>apud</i> Sotomayor, 2018)	25
Tabela 2.3. Propriedades das fibras de aço (Bentur & Mindess <i>apud</i> Sotomayor, 2018)	25
Tabela 2.4. Propriedades de algumas fibras poliméricas (Bentur & Mindess <i>apud</i> Sotomayor, 2018)	26
Tabela 3.1. Componentes toxicológicos do produto (Waterflows, 2019)	37
Tabela 3.2. Características técnicas das fibras de polipropileno (Sotomayor, 2018)	38
Tabela 3.3. Programa Experimental.	42
Tabela 3.4. Amostras para ensaio em pHmetro.	56
Tabela 4.1. Comparação granulométrica entre diferentes tipos de rejeito de minério de ouro.	58
Tabela 4.2. Massa específica dos grãos ( $\rho_s$ ) (modificado – Sotomayor, 2018).	59
Tabela 4.3. Pontos de moldagem.	61
Tabela 4.4. Tratamento estatístico para os ensaios de compressão simples.	67
Tabela 4.5. Tabela ANOVA para o compósito RP com interações de terceira ordem.	67
Tabela 4.6. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.	68
Tabela 4.7. Tabela ANOVA para o compósito RP com interações de terceira ordem.	74
Tabela 4.8. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.	74
Tabela 4.9. Tabela ANOVA para o compósito RP com interações de terceira ordem.	80
Tabela 4.10. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.	80
Tabela 4.11. Parâmetros de resistência para o rejeito puro.	85

Tabela 4.12. Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RP.	90
Tabela 4.13. Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RPC.	98
Tabela 4.14. Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RPF.	103
Tabela 4.15. Resultados da tensão normal crítica para as amostras reforçadas.	108
Tabela 4.16. Resultados da tensão normal crítica para as amostras reforçadas.	109
Tabela 4.17. Tratamento estatístico para os ensaios de compressão simples.	124
Tabela 4.18. Tratamento estatístico para os ensaios de cisalhamento direto.	125
Tabela 4.19. Tabela ANOVA para o compósito RP para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.	126
Tabela 4.20. Tabela ANOVA para o compósito RP para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.	126
Tabela 4.21. Tabela ANOVA para o compósito RPC para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.	128
Tabela 4.22. Tabela ANOVA para o compósito RPC para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.	128
Tabela 4.23. Tabela ANOVA para o compósito RPF para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.	130
Tabela 4.24. Tabela ANOVA para o compósito RPF para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.	130
Tabela 4.25. Amostras para ensaio em pHmetro.	135
Tabela 4.26. Porcentagem dos elementos encontrados na análise tridimensional.	149

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

C – teor volumétrico de cal

$C_{iv}$  – Teor volumétrico de cimento

$c_{eq,p}$  - coesão equivalente da mistura

$c_{i,c}$  – razão entre a adesão entre matriz e fibra e a coesão do rejeito

$c_{i,\phi}$  – razão entre tangentes dos ângulos de atrito rejeito-fibra e rejeito-polímero

CL - teor de cal de carbureto

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

CTC – Capacidade de Trocas de Cátions

CSAB – Cimento Sulfoaluminato de Cálcio Belítico

$d_p$  - densidade do polímero

DAM – Drenagem Ácida de Minas

DCE – Dupla Camada Elétrica

DTA – Análise Térmica Diferencial

DRX – Difração de Raios-X

GEEs – Gases do Efeito Estufa

GL – graus de liberdade

IPCC – Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas

LAMEV – Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica de Varredura

LVDT – *Linear Variable Differential Transformer*

$M_0$ - Módulo a pequenas deformações

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MO – Microscopia Óptica

microCT – Microtomografia computadorizada

P - teor polimérico na amostra

$P_{iv}$  – teor volumétrico de polímero

PAX – Amil Xantato de Potássio

PIB – Produto Interno Bruto

RCS – Resistência a compressão simples

RHA - teor de cinza volante

RO – rejeito puro

RO\_1,7\_7D – rejeito puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RO\_1,8\_7D – rejeito puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RO\_1,7\_40\_28D – rejeito puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RO\_1,8\_40\_28D – rejeito puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RP\_1,7\_40\_7D – rejeito-polímero (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RP\_1,8\_40\_7D – rejeito-polímero (solução de 40%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RP\_1,7\_40\_28D – rejeito-polímero (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RP\_1,8\_40\_28D – rejeito-polímero (solução de 40%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RP\_1,7\_60\_7D – rejeito-polímero (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RP\_1,8\_60\_7D – rejeito-polímero (solução de 60%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RP\_1,7\_60\_28D – rejeito-polímero (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RP\_1,8\_60\_28D – rejeito-polímero (solução de 60%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPC\_1,7\_40\_7D – rejeito-polímero-cal (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPC\_1,8\_40\_7D – rejeito-polímero-cal (solução de 40%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPC\_1,7\_40\_28D – rejeito-polímero-cal (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPC\_1,8\_40\_28D – rejeito-polímero-cal (solução de 40%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPC\_1,7\_60\_7D – rejeito-polímero-cal (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPC\_1,8\_60\_7D – rejeito-polímero-cal (solução de 60%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPC\_1,7\_60\_28D – rejeito-polímero-cal (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPC\_1,8\_60\_28D – rejeito-polímero-cal (solução de 60%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPF\_1,7\_40\_7D – rejeito-polímero-fibra (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPF\_1,8\_40\_7D – rejeito-polímero- fibra (solução de 40%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPF\_1,7\_40\_28D – rejeito-polímero- fibra (solução de 40%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPC\_1,8\_40\_28D – rejeito-polímero-fibra (solução de 40%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPF\_1,7\_60\_7D – rejeito-polímero-fibra (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPF\_1,8\_60\_7D – rejeito-polímero-fibra (solução de 60%) puro com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 7 dias de cura.

RPF\_1,7\_60\_28D – rejeito-polímero-fibra (solução de 60%) puro com massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RPF\_1,8\_60\_28D – rejeito-polímero-fibra (solução de 60%) com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias de cura.

RP\_10 - compósito rejeito-polímero com solução de 10%

RP\_20 - compósito rejeito-polímero com solução de 20%

RP\_30 - compósito rejeito-polímero com solução de 30%

RP\_40 - compósito rejeito-polímero com solução de 40%

RP\_50 - compósito rejeito-polímero com solução de 50%

RP\_60 - compósito rejeito-polímero com solução de 60%

RP – rejeito polímero

RPC – rejeito-polímero-cal

RPF – rejeito-polímero-fibra

SQ – soma dos quadrados

$S_{eq,p}$  - resistência ao cisalhamento equivalente da mistura no caso da ruptura por ancoragem das fibras

TGA – Análise Termogravimétrica

QM – quadrados médios

$q_u$  – resistência a compressão simples

UFU – Universidade Federal de Uberlândia

$V_e$  – Velocidade de propagação longitudinal

$V_T$  - volume total da amostra

w – teor de umidade

XRF/EDX – Espectrometria de Fluorescência de Raios X

$B_{iv}$  – teor de estabilizante

$\gamma_d$  - peso específico do compósito

$\gamma_{SS}$  - peso específico dos sólidos de areia

$\gamma_{SRHA}$  - peso específico dos sólidos de cinza volante

$\gamma_{SCL}$  - peso específico dos sólidos de cal de carbureto

$E$  – Módulo de Young

$\eta$  – porosidade

$\eta'$  - diâmetro da fibra

$\eta/P_{iv}$  – parâmetro chave entre porosidade e teor volumétrico de polímero

$\nu$  - Poisson

$\rho$  – massa específica

$\rho_s$  – massa específica dos grãos

$\rho_{SC}$  – massa específica dos grãos de cal

$\rho_{SF}$  – massa específica das fibras

$\rho_{SR}$  - massa específica dos grãos de rejeito

$\sigma_{f,ult}$  – resistência à tração última

$\sigma_n$  - tensão normal no plano de cisalhamento

$\tan\phi_{eq,p}$  - tangente do ângulo de atrito equivalente da mistura

$\chi$  - o teor volumétrico de fibras na mistura

## 1. INTRODUÇÃO

---

A atividade de exploração mineral no Brasil é um dos motores da economia brasileira. O setor gera mais de 200 mil empregos diretos, responde a 4% do Produto Interno Bruto (PIB) e exporta US\$ 50 bilhões por ano, o que corresponde a 25% da pauta de exportação do país (IBGM, 2019).

A exploração de ouro, especificamente, é o setor que de longa data contribui para o desenvolvimento econômico do país. Durante o período colonial, o Brasil foi o maior produtor de ouro do mundo. E apesar de uma fase de declínio, o país voltou a ascender durante as décadas de 1970-1990 e passou a ocupar o quarto lugar mundial, gerando mais de um milhão de empregos diretos e indiretos (MME, 2009).

Atualmente, o potencial aurífero no Brasil é ainda significativo e produziu aproximadamente 406 toneladas nos últimos 5 anos. Regionalmente, a produção de ouro bruto e beneficiado está concentrada nos estados de Minas Gerais, Pará, Goiás, Bahia e Mato Grosso, sendo os dois primeiros responsáveis por aproximadamente 77% das reservas oficiais (IBRAM, 2016).

Apesar dessa capacidade, todo o setor de exploração mineral no Brasil sofre impactos negativos devido as tragédias acontecidas nos últimos anos - principalmente com relação ao rompimento das barragens de rejeito de Mariana e Brumadinho, ambas em Minas Gerais. Fato esse que não é exclusividade brasileira, já que entre 1912 e 2014 houve mais de 240 rompimentos de barragens de rejeito pelo mundo (WISE, 2014 *apud* Li, 2018).

Desastres resultantes do rompimento de barragens de rejeito não só levam a prejuízos ambientais, como também a perdas de vidas e danos sociais e econômicos. Tratando especificamente de rupturas de minas de ouro, destacam-se os principais casos (Ince, 2019): Certej Mine, România (1971), Ok Tedi Mine, Nova Guiné (1984-2013), Summitville Mine, Estados Unidos (1984-2013), Omai Mine, Guiana (1995), Mt. Tapian, Filipinas (1996), Kumtor Gold Mine, Kyrgyzstan (1998), Baian Mare, România(2000), Tolukuma Gold Mine, Nova Guiné (2000), Ahafo Gold Mine, Gana (2009), Mount Polley Mine, Canadá (2014) e Valadero Mine, Argentina (2015).

Apesar dos métodos de disposição de rejeitos estarem evoluindo positivamente tanto termos de redução do potencial de dano quanto com relação ao aumento da segurança das estruturas de contenção, soluções alternativas para uso destes resíduos têm sido investigadas para tornar a atividade de mineração mais sustentável.

Neste contexto, torna-se objeto de interesse de estudo dos geotécnicos a caracterização destes materiais e a identificação de oportunidades de uso deles como material de construção (Consoli *et al.*, 2007; Fahey *et al.*, 2009; Helinsky *et al.*, 2011). Para isso, é necessário utilizar os conceitos, metodologias e ferramentas já consolidadas dentro da Mecânica dos Meios Contínuos, da Mecânica dos Solos e da Mecânica das Rochas, para entender o comportamento dos rejeitos e, se necessário, associá-los a outros materiais.

### **1.1. IDENTIFICAÇÃO DO PROBLEMA**

A aplicação de rejeitos de mineração em obras geotécnicas pode ser uma saída para tornar a atividade de mineração mais sustentável. Quando se trata de rejeitos de minério de ouro, o desafio é ainda maior em função da composição química complexa e da baixa capacidade suporte em seu estado natural.

Muitos pesquisadores investigam métodos de estabilização com materiais cimentícios para melhoria das propriedades desses rejeitos. Contudo, em função da indisponibilidade destes materiais em algumas regiões, visando encontrar soluções mais econômicas, com menor período de cura e ampliar as possibilidades de uso, esta pesquisa propõe a formação de compósitos poliméricos com rejeito de minério de ouro.

Desta maneira, o problema que norteia esta tese pode ser definido como: rejeitos de ouro estabilizados com polímero são materiais adequados para serem utilizados em obras geotécnicas, como aterros e taludes?

### **1.2. JUSTIFICATIVA**

Pesquisas mostram que os polímeros são ótimos estabilizantes de solo e podem ser aplicados como selantes em estradas não pavimentadas, para proteção contra erosão e para a melhoria da estabilidade de taludes, já que promovem a aglutinação dos grãos e melhoram a estabilidade da matriz.

Segundo Bachini *et al.* (2016), os polímeros apresentam durabilidade superior ao cimento Portland, possuem resistência ao ataque de ácidos e influenciam nas propriedades mecânicas e na trabalhabilidade das misturas.

Resultados experimentais apresentados por Silva (2020) e Carneiro (2020), envolvendo análises mecânicas e de lixiviação, indicam que com um controle tecnológico adequado de execução, o polímero aqui proposto traz resultados positivos ao comportamento hidráulico e mecânico de materiais granulares e não causa danos ambientais.

Desta maneira, esta pesquisa busca não só comprovar o uso deste tipo de compósito, mas também propor métodos racionais de dosagem e previsão do comportamento. Para isso, a pesquisa focará nos objetivos aqui apresentados, a partir da hipótese definida.

### **1.3. HIPÓTESE**

Esta pesquisa considera como hipótese que os preceitos da Mecânica dos Meios Contínuos e, especificamente, da Mecânica dos Solos e das Rochas são válidos para a parte fina dos rejeitos de mineração.

### **1.4. OBJETIVOS**

O objetivo geral desta pesquisa é analisar o comportamento mecânico do rejeito de minério de ouro estabilizado com uma solução polimérica, para aplicação em estruturas geotécnicas, e propor um método racional de dosagem e de previsão de comportamento.

Os objetivos específicos desta pesquisa são:

- Avaliar o efeito do tempo de cura no comportamento dos materiais;
- Verificar a influência do teor de solução polimérica utilizada;
- Realizar um estudo de dosagem da mistura rejeito-polímero, buscando identificar parâmetros-chave do comportamento;
- Verificar a influência do teor de polímero nas resistências à compressão não confinada e ao cisalhamento direto;
- Avaliar a inserção de outros materiais no compósito rejeito-polímero, como o uso de fibras e de cal;
- Conduzir uma investigação microestrutural e química que colabore no entendimento da estabilização dos rejeitos de mineração e possa futuramente fomentar a base teórica da Mecânica dos Rejeitos.

## **1.5. ESTRUTURA DA TESE**

Esta tese está estruturada em cinco capítulos: introdução, fundamentação teórica, materiais e métodos, resultados e discussões e considerações finais. Após a introdução ao tema e também delimitação metodológica, o segundo capítulo de fundamentação teórica cria a base referencial para entendimento do assunto aqui tratado.

No terceiro capítulo são apresentados todos os materiais e métodos empregados para conduzir a pesquisa experimental. No quarto capítulo os resultados são apresentados e analisados teoricamente. Por fim, nas conclusões, são sintetizados os principais pontos encontrados e discutidos na pesquisa. Nos apêndices são indicados os códigos de programação utilizados no trabalho.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

---

A atividade de mineração gera dois principais tipos de resíduos: estéreis e rejeitos. Os primeiros são materiais sem valor econômico decorrentes dos processos necessários para expor o corpo mineralizado para a atividade de lavra. Já os rejeitos são resultantes do processo de beneficiamento.

Após a Revolução Industrial o montante de resíduos gerados pela atividade de mineração fez com que houvesse a necessidade de dispositivos legais para regulamentar a disposição desses materiais. Como consequência, a partir do século XX as indústrias começaram a construir as barragens de rejeitos.

Atualmente, os rejeitos podem ser dispostos em minas subterrâneas, cavas exauridas de minas, em pilhas, por empilhamento a seco, por disposição em pasta, e no caso mais comum, em barragens de contenção de rejeitos (IBRAM, 2016).

A grande questão é que mesmo que hoje existam mecanismos legais e regulatórios, e conhecimentos para práticas seguras de estocagem, o entrave do desenvolvimento sustentável do setor está no grande volume de resíduos produzidos e na destinação deles.

Por isso, os rejeitos de mineração têm tido interesse particular nos últimos anos devido ao potencial de aplicabilidade e reuso em estruturas geotécnicas. Neste sentido, metodologias de caracterização do material para a verificação das potencialidades de aproveitamento têm sido elaboradas. Devido à alta complexidade desses materiais, mais de um tipo de caracterização tem sido empregado, sendo as principais:

- Físicas (tamanho e morfologia das partículas, densidade, porosidade *etc.*);
- Mineralógicas (identificação das fases minerais, comportamento das fases *etc.*);
- Químicas-geoquímicas (composição química elementar, pH, potencial redox *etc.*);
- Geotécnicas (ensaios mecânicos, hidromecânicos *etc.*).

A investigação dos rejeitos de mineração gera oportunidades de aplicação como material construtivo nas estruturas de engenharia. Contudo, para isso, é preciso que se exista uma base teórica consolidada indicando os melhores métodos para prever o comportamento destes materiais e permitir a elaboração de projetos a partir da determinação de seus parâmetros e propriedades.

Atualmente, os pesquisadores utilizam os conceitos da Mecânica das Rochas e da Mecânica dos Solos para tratar os rejeitos de mineração como de materiais de engenharia. Porém, a criação de uma Mecânica dos Rejeitos que estabeleça critérios e metodologias traria grandes benefícios para a ciência, principalmente no sentido de propor relações tensão-deformação e procedimentos que permitam a previsão de comportamento e aplicação em projeto, considerando as especificidades destes materiais.

## **2.1. REJEITOS DE MINERAÇÃO**

Wijewickreme *et al.* (2005) define os rejeitos de mineração como sendo essencialmente partículas de rochas trituradas derivadas do processamento do minério. A mineralogia, granulometria e a morfologia das partículas dos rejeitos de minério variam muito em função da composição da rocha mãe e do processo de beneficiamento a que foram submetidos.

Neste contexto, uma análise multidisciplinar é necessária para entender o comportamento dos rejeitos e também criar relações constitutivas que permitam a elaboração de projetos de engenharia. Para começar é preciso entender a origem desse material. Por isso, no Tópico 2.1.1, serão apresentadas as etapas do processo de exploração mineral cujo um dos resíduos é o rejeito aqui estudado.

Em seguida, serão abordados alguns conceitos da Mecânica das Rochas e da Mecânica dos Solos que colaboram para a compreensão do comportamento dos rejeitos de minério de ouro. É importante destacar aqui que a proposta desta seção é fundamentar a tese de que os rejeitos precisam ser tratados como materiais únicos, com características intermediárias as rochas e aos solos.

### **2.1.1. PROCESSO DE EXPLORAÇÃO MINERAL**

O processo de exploração mineral acontece em duas fases: processo de lavra do material de interesse seguido do beneficiamento mineral. Na primeira etapa, a depender das condições geológicas e da viabilidade econômica, a lavra poderá ser feita a céu aberto ou subterrânea.

As etapas existentes na fase de beneficiamento são dependentes do tipo de material que está sendo explorado e de qual o tipo de comercialização será feita (pureza, granulometria, forma, *etc.*). Em geral, os seguintes processos químicos e físicos fazem parte do beneficiamento:

britagem, moagem, ciclonagem, flotação e espessamento. Com relação ao beneficiamento do minério de ouro, usualmente, executam-se as seguintes etapas (Amorim, 2007):

- Britagem: desagregação do minério proveniente da frente de lavra;
- Peneiramento: processo simultâneo a britagem que faz a separação granulométrica do material;
- Moagem: redução dos tamanhos das partículas para obtenção do elemento de interesse;
- Classificação: separação da parte grosseira (*underflow*) das partículas finas (*overflow*);
- Concentração gravítica: separação dos minerais de densidades diferentes;
- Flotação: separação entre partículas pelo caráter polar (hidrofilicidade) ou apolar (hidrofobicidade).

Normalmente os rejeitos de minério de ouro são dispostos em barragens. O processo de deposição ocorre por meio do transporte e alocação dos resíduos na forma de lama. Em função da natureza do processo de deposição, associado ao alto grau de saturação e baixa densidade, as barragens de rejeito são consideradas susceptíveis a liquefação, a depender do método construtivo. Este fenômeno pode levar a instabilidade e rupturas com consequências desastrosas como: perda de vidas, danos ambientais e impactos sociais e econômicos (Wijewickreme *et al.*, 2005).

Em função de sua composição química (que será apresentada nos próximos tópicos), os rejeitos de minério de ouro podem causar sérios problemas de saúde e ambientais. Por isso, as técnicas de estabilização e de reuso desses materiais visam não só uma melhoria nos requisitos de resistência, mas também buscam reduzir o potencial toxicológico.

Para isso, as pesquisas conduzidas no âmbito da Engenharia Geotécnica com rejeitos de ouro têm utilizado um conjunto de metodologias e ensaios da Mecânica dos Solos e da Mecânica das Rochas, onde se destaca o ensaio de compressão simples e cisalhamento direto, além de caracterizações físicas, químicas e mineralógicas (Li *et al.*, 2018).

### **2.1.2. CONTRIBUIÇÕES DA GEOLOGIA PARA O ENTENDIMENTO DO COMPORTAMENTO DOS REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO**

Segundo o Committee of Rock Mechanics of the Geological Society of America, a Mecânica das Rochas é uma ciência teórica e aplicada que estuda o comportamento mecânico das rochas.

Apesar de já existir algum conhecimento prévio sobre as rochas, ela foi reconhecida como uma disciplina nos programas de engenharia apenas em 1960.

Um dos preceitos básicos desta ciência é a clara distinção entre as rochas e os solos, dada principalmente pelas propriedades de coesão interna e resistência a tração. O primeiro conceito está relacionado as forças que ligam as partículas umas às outras. O que é diferente do conceito de coesão aparente, relacionado aos solos, que se refere a força que conecta as partículas quando são cisalhadas. No caso das rochas a coesão interna e a resistência a tração são elevadas, já os solos apresentam valores menores (Azevedo & Marques, 2002).

Pode-se então dizer que as rochas são materiais sólidos formados por um ou mais minerais, que ocorrem sobre a crosta terrestre na forma de grandes massas ou fragmentos. Apesar do interesse dos engenheiros geotécnicos estar na resposta mecânica, avaliar a gênese e os minerais que as compõem é essencial para interpretação do comportamento.

Por isso, a classificação das rochas está relacionada a sua origem, sendo elas: ígneas, quando formadas a partir da cristalização do magma; metamórficas, formadas a partir de uma adaptação mineralógica às condições de pressão e temperatura; e sedimentares, formadas a partir da acumulação de sedimentos, microrganismos e precipitação química. Neste trabalho as metamórficas são de principal interesse pois é a classificação dada ao substrato rochoso que foi explorado e gerou o rejeito estudado.

Uma vez que as rochas após formadas são expostas a atmosfera, elas estão sujeitas a forças e reagentes diferentes daqueles do seu ambiente de gênese. A atuação destes fatores leva a uma fragmentação do material rochoso, reduzindo a resistência e transformando-o em solo. A este processo dá-se o nome de intemperismo, que pode ser físico, químico ou biológico.

O intemperismo é influenciado por fatores como: tipo de rocha e estrutura mineralógica; topografia; clima; e tempo de ação do processo. Fazendo um paralelo com os rejeitos de mineração, pode-se dizer que o processo de beneficiamento é um tipo de intemperismo artificial, já que submete o material rochoso já fragmentado a processos físicos - como escavações mecânicas, esforços de vibração, ciclos de umedecimento e secagem e variações térmicas – e químicos em função da deposição associada a água e ambientes ácidos.

Por outro lado, as rochas metamórficas com alto teor de quartzo são menos susceptíveis ao intemperismo. Por isso, pode-se dizer que os rejeitos de minério de ouro, ricos em quartzo, passam apenas por um intemperismo físico durante o beneficiamento mineral. Essa constatação

é interessante pois ressalta que se trata de um material fragmentado, sem coesão aparente já que não houve efeitos químicos para criação de ligações (cimentação) entre as partículas.

### **2.1.3. CONTRIBUIÇÕES DA MECÂNICA DOS SOLOS PARA O ENTENDIMENTO DOS REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO**

Lambe & Whitman (1969) destacaram que a natureza dos solos se distinguiria dos outros materiais pela sua estrutura particulada, e que por isso a ciência que avalia o comportamento tensão-deformação desses materiais poderia ser dita como Mecânica dos Particulados.

Essas partículas interagem entre si por contato direto dos grãos ou por forças eletromagnéticas. No caso dos solos granulares as interações por contato são majoritárias; já nos solos argilosos as interações eletromagnéticas prevalecem, a depender da estrutura individual de cada partícula e do meio nos quais elas estão inseridas.

A estrutura cristalina das argilas é discutida amplamente por vários autores (Nakayenga *et al.*, 2021). Em geral, os argilominerais possuem dois tipos de estruturas características: octaédrica, onde o átomo de alumínio ferro ou magnésio é cercado por seis oxigênios ou hidroxilas; ou tetraédrica, na qual o átomo de silício ocupa a posição central cercado por quatro oxigênios ou hidroxilas.

O arranjo desses minerais gera partículas de argila com cargas negativas nas faces e positivas nas bordas. Essa ionização é gerada pelos fenômenos de adsorção, dissociação e de substituição isomórfica, que causam as forças eletromagnéticas de atração ou de repulsão entre as partículas (Camapum de Carvalho *et al.*, 1987).

De forma mais abrangente, de acordo com Lambe & Whitman (1969), a interação entre as partículas depende de quatro tipos de forças: externas aplicadas, de contato, de atração e de repulsão. As primeiras estão relacionadas a superfície do contato e da deformabilidade das partículas, e são traduzidas pelas tensões efetivas.

Já as forças de contato são as interações mineral-mineral, mineral-ar e mineral-água. No caso dos solos granulares o contato mineral-mineral é facilmente observado, o que não acontece nos solos coesivos. Nestes esse contato só irá existir nos solos bem floclados, sem umidade e cimentados, já que os íons e a água adsorvida pelos minerais geram forças de repulsão neste tipo de contato.

As forças de atração são devidas as forças de Van der Waals, conhecidas também como força de valência secundária. Elas têm por característica serem mais fracas e são susceptíveis a modificação em caso de alteração de força externa.

Por fim as forças de repulsão têm natureza eletrostática e são precedidas de confinamento, sendo bastante sensíveis a modificações na estrutura do material. Elas acompanham a variação da constante elétrica, a dimensão dos íons hidratados, a espessura da Dupla Camada Elétrica (DCE), o pH e a absorção dos ânions. Porém, variam em sentido contrário a temperatura, a valência iônica e a concentração eletrolítica (Camapum de Carvalho *et al*, 1987).

Neste contexto, a disposição das partículas será orientada pelas forças de atração ou repulsão, caso sejam desconsideradas as forças externas. Se as forças de atração forem predominantes, as partículas estarão dispostas de maneira não orientada, formando uma estrutura conhecida como “floculada”. Por outro lado, no caso da prevalência das forças repulsivas, as partículas estarão dirigidas em uma estrutura conhecida como “dispersa”. Um esquema dessas estruturas é apresentado na Fig. 2.1.

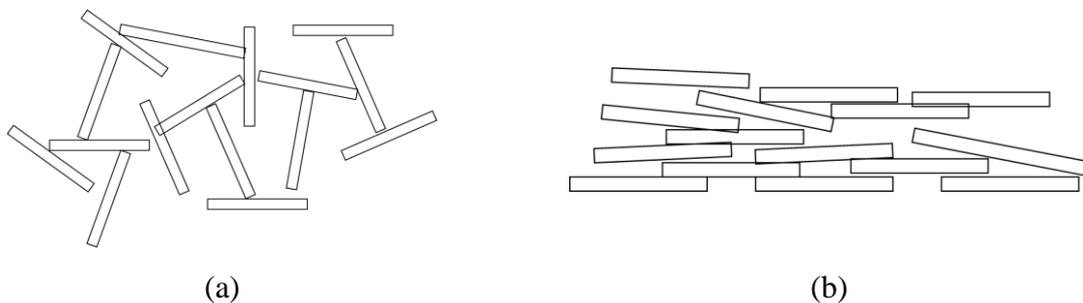


Figura 2.1. Estrutura dos solos (a) floculada; (b) dispersa.

Apesar de até aqui ter-se discutido a estrutura cristalina, é importante ressaltar que o solo é um meio multifásico, e por isso a constituição da parte fluida interfere diretamente na natureza da transmissão das forças entre partículas. Essa interação entre as diferentes fases do solo é chamada de interação química por Lambe & Whitman (1969).

Essa é uma constatação interessante do ponto de vista dessa pesquisa pois aqui o fluido é composto por uma parcela de água e outra de polímero. Estes elementos irão então interagir simultaneamente entre si e com as partículas do rejeito. E nas frações finas os fluidos podem penetrar entre as partículas e transmitir forças normais e tangenciais, mesmo elas não estando em contato. Essa distância de contato entre elas irá depender das forças externas aplicadas, aqui no caso deste trabalho, será avaliado pela estrutura dos corpos de prova em dois níveis de massa específica.

#### **2.1.4. FENÔMENOS INTERFACIAIS NOS REJEITOS DE MINÉRIOS**

Para fazer um paralelo com as considerações anteriores e aprofundar no entendimento das relações entre o rejeito e os compósitos propostos é preciso entender as relações interfaciais nos rejeitos de minérios. Esta é uma área de estudo da Engenharia de Minas necessária para o entendimento da etapa de flotação do processo de beneficiamento do minério, a qual gera o rejeito estudado nesta tese.

Dessa forma, primeiramente será explicada de forma resumida uma base teórica que fundamentará os fenômenos químicos interfaciais que ocorrem na etapa de flotação. Em seguida, estes conceitos serão expandidos para o objeto de estudo desta tese.

Assim como nos solos, a polpa mineral que gera os rejeitos na fase de flotação são materiais multifásicos compostos pelas fases sólidas, líquidas e gasosas. Considera-se também que as fases são as regiões do espaço onde a composição química e as propriedades físicas e mecânicas são equivalentes.

Entre as fases existem as interfaces, que são as camadas limites com dimensão coloidal (1 nm), a qual possui propriedades químicas e físicas diferentes dos demais componentes. Existem cinco tipos de interfaces: sólido-sólido; sólido-líquido; sólido-gás; líquido-líquido; líquido-gás.

Conforme dito anteriormente, os rejeitos são fragmentos rochosos gerados pelo processo de fragmentação da rocha matriz. Nesta etapa, novas superfícies são formadas a partir da ruptura de ligações de alta energia, e por isso, elas reagem espontaneamente com o meio a fim de abaixar o seu nível energético (Schons Silva, 2021).

As partículas finas geradas durante esta etapa aderem umas às outras por meio de forças eletrostáticas e de Van der Waals. Por esta razão é importante avaliar a reatividade da superfície dessas partículas com os fluidos utilizados, já que a partir da moagem todo o processo de obtenção do minério acontece por via úmida.

Nestas interfaces os fenômenos de adsorção acontecem devido a tendência de interação com outras espécies químicas existentes no fluido circundante. A adsorção pode ter uma natureza química, ocasionando a formação de novos compostos na superfície mineral, ou de natureza física, onde as forças eletrostáticas são predominantes. O potencial de adsorção é diretamente proporcional a valência e ao peso atômico (Rogers; Glendinning, 1996).

A partir das interações dos minerais com os líquidos ocorre um desbalanceamento de cargas, que podem gerar um excesso de carga positiva ou negativa, cuja origem pode ser três

mecanismos: cristais iônicos, hidratação da superfície ou substituição isomórfica (Schons Silva, 2021).

De forma simplificada, o mecanismo dos cristais iônicos acontece quando as espécies iônicas na superfície dos minerais interagem com um líquido polar. Essa interação leva a migração de íons do sólido para a solução, e da solução para os sólidos (adsorção). Essa movimentação acontece até que o produto das concentrações iônicas entra em equilíbrio eletroquímico. Esse mecanismo então mostra que em contato com líquidos polares, os minerais podem se comportar como cristais iônicos, com diferentes graus de solubilidade.

Já o mecanismo da hidratação acontece quando a superfície de um mineral hidrofílico interage com as moléculas de água. Como resultado, os grupos ácidos e básicos são dissociados em função do pH da suspensão. Isso gera uma superfície com carga negativa (ionização dos grupos ácidos, em meio alcalino) ou positiva (ionização dos grupos básicos, em meio ácido). A intensidade da carga superficial está relacionada ao grau de acidez ou alcalinidade do grupamento da superfície e da solução.

Por fim, a substituição isomórfica está relacionada ao desbalanceamento natural de cargas que algumas espécies minerais apresentam, especialmente os silicatos. Com isso, estes minerais possibilitam substituições isomórficas na sua estrutura cristalina. Em geral, o mais comum é a substituição do  $\text{Si}^{4+}$  pelo  $\text{Al}^{3+}$ , com a neutralidade elétrica sendo restabelecida por cátions monovalentes. Contudo, em contato com a água, esses íons se dissociam deixando a superfície do mineral com excesso de carga negativa.

As propriedades elétricas existentes na interface desses materiais são estudadas tendo como base a teoria da Dupla Camada Elétrica (DCE). Segundo essa teoria, a existência de íons próximos a uma superfície da origem a DCE, que se trata de uma camada com excesso de carga positiva e outra com excesso de carga negativa, que como um todo é neutra.

Toda essa base teórica é referência para o entendimento da etapa de flotação do beneficiamento que é a etapa que origina o rejeito aqui investigado. A etapa de flotação faz parte de um dos métodos de concentração, especialmente aplicado para granulometrias mais finas, que tem como objetivo aumentar o teor do minério que está sendo explorado.

Esta etapa é executada em um equipamento que faz a inserção de ar na polpa mineral. Essa mistura então apresenta três fases que irão interagir entre si: sólida das partículas minerais, líquida da água presente na polpa e o ar que é quebrado na forma de bolhas. Por diferença de

densidade a tendência desta última fase é subir até a superfície. Neste trajeto, as bolhas se colidem com as partículas minerais, e aquelas que tem mais afinidade com a fase apolar (em geral hidrofóbicas) ficam então adsorvidas na superfície dessas bolhas. Em seguida é feito então o recolhimento do material flotado por uma calha (Schons Silva, 2021).

Contudo, o desafio desta etapa é que 90% dos minerais são hidrofílicos, ou seja, possuem afinidade com a água. Dessa maneira, é preciso induzir uma propriedade diferenciadora em algumas dessas partículas para que elas deixem de ter afinidade com a água e seja possível de fazer a separação. Essa indução da hidrofobicidade é feita por meio de reagentes químicos.

Dentro da classe de reagentes químicos existe uma grande variedade dos quais destacam-se os coletores. Esses compostos são surfactantes, ou seja, se adsorvem nas partículas minerais formando uma película para torná-las hidrofóbicas. Esses coletores podem ser de caráter aniônicos, catiônicos e não iônicos. Em geral, na flotação do minério de ouro são utilizados os coletores aniônicos, especialmente o amil xantato de potássio (PAX) (Carvalho, 2018; Oliveira Junior *et al.*, 2011). Algumas características deste coletor são destacadas para se fazer um paralelo ao polímero aqui estudado, sendo elas (Schons Silva, 2021):

- Apresenta elevada solubilidade em água;
- A adsorção é praticamente apenas de natureza química, por isso é preciso um tempo de condicionamento para formação do composto superficial;
- Devem ser usados em ambientes levemente alcalinos;
- A velocidade de degradação aumenta com a temperatura;
- A velocidade de decomposição do xantato aumenta com a acidez do meio.

A partir dessas informações, serão discutidos os resultados encontrados nessa tese tendo como base que os rejeitos foram submetidos a um processo de flotação, utilizando um coletor de caráter aniônico.

## **2.2. MELHORAMENTO DE MATERIAIS GEOTÉCNICOS**

Alguns materiais geotécnicos em seu estado natural não apresentam as propriedades mínimas requeridas para uso em estruturas geotécnicas. Por isso, técnicas de melhoramento de solos podem ser utilizadas com a finalidade de aumentar a resistência, reduzir a compressibilidade, atingir requisitos de permeabilidade e, em alguns casos, reduzir o potencial de liquefação.

Segundo Casagrande (2005), o termo melhoria está relacionado ao tratamento por meio de processos químicos, enquanto o termo de reforço é utilizado para referir ao uso de inclusões, como uso de elementos que possuem elevada resistência a tração (fibras metálicas, geossintéticos, malhas de aço, fibras, *etc.*).

Tratando-se do uso de rejeitos em estruturas geotécnicas, sabe-se que soluções de melhoria ou reforço são requeridas para que eles possam atuar como materiais para tais aplicações. Essas soluções podem vir a partir da mistura do rejeito com outro material estabilizante ou ainda por meio de métodos como a estabilização mecânica.

Em função da escassez de materiais naturais e das restrições ambientais, o estudo de produtos alternativos para estabilização se torna interessante. Como esse tipo de material não possui especificação técnica tradicional nem abrangência na utilização, estudos são requeridos para avaliar a eficiência de sua aplicação.

### **2.3. SOLUÇÕES DE ESTABILIZAÇÃO PARA MATERIAIS GEOTÉCNICOS**

As soluções de estabilização são processos físicos, mecânicos ou químicos que buscam adequar as propriedades dos materiais para os níveis de desempenho requeridos. A estabilização física está relacionada a correção da granulometria, que pode ser obtida com a adição de fibras (Pinto, 2006).

Já a estabilização mecânica pode ser executada por meio da compactação ou correção granulométrica. No primeiro caso, a estrutura do material geotécnico é alterada por meio da aplicação de uma força externa, que aumenta o contato entre os grãos (Vargas, 1977). Essa redução do volume de vazios faz com que deslocamentos durante a vida útil das estruturas sejam minimizados. Esta é uma solução muito utilizada para solos colapsíveis, os quais em seu estado natural possuem uma estrutura metaestável (Cintra & Aoki, 2013).

Por outro lado, a correção granulométrica visa a mistura de dois ou mais tipos de materiais, para realizar o ajuste da curva granulométrica. Isso quer dizer que haverá uma melhor distribuição das frações, o que permite um maior imbricamento e contato entre os grãos, e assim, melhor resistência.

Contudo, a estabilização granulométrica pode não ser suficiente para que os materiais geotécnicos atinjam os requisitos necessários para serem utilizados em obras de engenharia. Ou

ainda, em função da indisponibilidade de materiais complementares na região, o método se torna inviável.

Dessa maneira, a estabilização química é uma opção atrativa do ponto de vista técnico e econômico. Esse tipo de melhoria está relacionado ao tratamento mediante processos químicos. No âmbito dos solos, os agentes estabilizadores tradicionais são: cimento, cal, cinzas volantes e materiais betuminosos. Para todos esses, busca-se ganhos de resistência, diminuição da permeabilidade e compressibilidade, e aumento da vida útil (Casagrande, 2005).

A estabilização química dos solos argilosos apresenta um entendimento singular devido as interações que acontecem entre a matriz e o estabilizante. Os conceitos estudados no tópico dos fenômenos interfaciais são essenciais para a compreensão dos mecanismos.

Quatro reações químicas acontecem durante a estabilização química dos solos argilosos, sendo elas: (i) troca catiônica; (ii) aglomeração/floculação; (iii) hidratação; e (iv) reações pozolânicas. O processo de troca catiônica gera alterações físico-mecânicas na estrutura do solo e geralmente podem acontecer por longos períodos. O mecanismo consiste na interação de íons liberados pelo estabilizante (íons de cálcio) com os íons metálicos do próprio material.

Essa interação iônica leva a uma redução do espaçamento da DCE das partículas de argila, modificando a textura e a resistência da massa de solo. Em geral, observa-se uma mudança de argila plástica para um solo mais granular, com menor índice de plasticidade, maior ângulo de atrito e maior resistência ao cisalhamento (Burriss *et al.*, 2015).

O processo de floculação é responsável por trazer uma melhora significativa nas propriedades físicas, químicas e mecânicas do material. Assim como na troca catiônica, o mecanismo se inicia logo após a mistura da matriz com o estabilizante. Conforme visto anteriormente, nesse processo de aglomeração as forças de van der Waals superam a repulsão entre as partículas, conforme ilustrado pela Fig. 2.1, formando uma estrutura mais floculada

### **2.3.1. ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA POLIMÉRICA**

Nesta seção será explorado a temática de estabilização química polimérica a começar pelo entendimento da atuação dos polímeros.

### 2.3.1.1. POLÍMEROS

O termo polímero é de origem grega e significa a junção de muitas (polys) partes (meros). Cada parte individual é chamada de monômero e o número de locais onde as moléculas se conectam é chamado de funcionalidade. Quando essas várias unidades reagem para formar uma cadeia de polímero dá-se o nome de polimerização (Palmeira, 2018).

É importante destacar que polímeros são diferentes de plásticos. Segundo Palmeira (2018) “polímero é o material puro, resultante do processo de polimerização, raramente utilizado na forma pura, ao passo que o plástico é obtido quando aditivos são empregados”.

Os polímeros podem ser classificados de acordo com a sua ocorrência, sendo os naturais aqueles que existem na natureza (ex. proteína, celulose, amido, borracha) e os artificiais aqueles gerados em laboratório (ex. polietileno, poliestireno).

Com relação ao método de obtenção, eles podem ser classificados em: de adição, quando obtidos pela soma de um único monômero; copolímeros quando se adiciona dois monômeros diferentes; e de condensação, quando há a adição de dois monômeros diferentes, porém há a eliminação de substância inorgânica.

Dentro dos estudos da estabilização de solos, os polímeros estão ainda divididos em: geopolímeros, biopolímeros e polímeros orgânicos sintéticos. Os primeiros são inorgânicos e desenvolvidos a partir de alumina silicatos amorfos ativados por soluções alcalinas concentradas. Já os biopolímeros são aqueles naturais que são produzidos por biomassa ou bactérias. Por fim, os orgânicos sintéticos são do tipo artificiais, sendo os principais: Poliacrilamida (PAM), Poliacrilatos, Poli(acetato de vinilo), Poli(álcool vinílico).

O uso de polímeros na engenharia geotécnica começou a ser desenvolvido durante a Segunda Guerra, onde tinha-se a necessidade de construir pavimentos emergenciais para desembarque de equipamentos bélicos em regiões litorâneas. O uso de estabilizantes como cal e cimento não era viável devido as condições logísticas e ao processo de cura.

Diversas pesquisas comprovam os benefícios do uso dos polímeros no manejo das propriedades dos materiais. Mas, além disso, os polímeros se mostram mais interessantes do ponto de vista ambiental pois sua fabricação exige um menor consumo de fontes naturais e de energia e ainda emite menos gases do efeito estufa (GEEs) quando comparado a estabilizantes tradicionais, como a cal e o cimento Portland (Nakayenga *et al.*, 2021; Huang *et al.*, 2021). A produção de

cimento Portland é a segunda atividade humana que mais gera GEEs, perdendo apenas para os combustíveis fósseis (Latifi *et al.*, 2017).

Apesar disso, muitas vezes os polímeros são preteridos em relação a outros estabilizantes, talvez pela falta de confiança ou entendimento do seu funcionamento. Porém, frente as ameaças climáticas já anunciadas pelo Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas (IPCC), no relatório lançado em 2021, é necessário que a engenharia busque soluções mais adaptadas à nova realidade.

### 2.3.1.2. INTERAÇÃO MATRIZ-POLÍMERO

A interação dos polímeros com a matriz mineral irá depender principalmente do tipo de polímero utilizado. Como neste trabalho o polímero é do tipo sintético orgânico será dado um foco as interações que podem acontecer neste caso.

Em geral, dá-se o nome de floculação ao processo de agregação das partículas gerado pelo polímero. Este fenômeno ocorre em quatro etapas, conforme Fig. 2.2. É importante destacar que todas essas ações acontecem a uma escala microscópica, e não de engenharia.

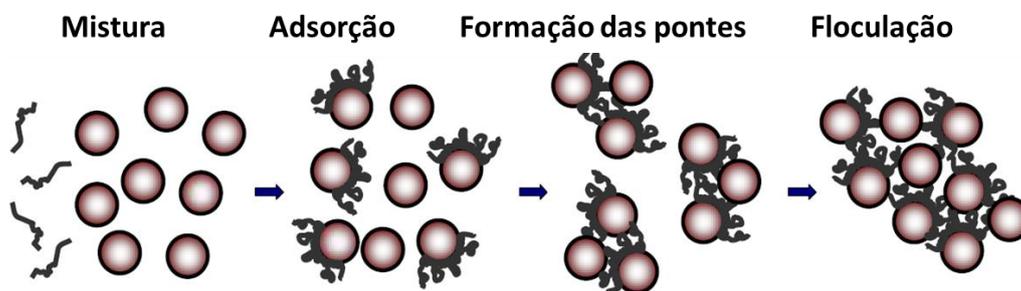


Figura 2.2. Processo de floculação polimérica (modificado - Kitchener, 1972 apud Oliveira *et al.*, 2010)

Dentro do grupo dos polímeros sintéticos orgânicos existem os catiônicos, aniônicos e neutros. A interação com a matriz acontece na maioria dos casos por meio de interação eletrostática, sendo ela mais complexa no caso dos ionizados. Por exemplo, os polímeros neutros a interação com as partículas de argilas se dá simplesmente pelo aumento da entropia gerado pela combinação de duas ações: adsorção do polímero na superfície da partícula concomitante a desorção da água, conforme Figura 2.3.

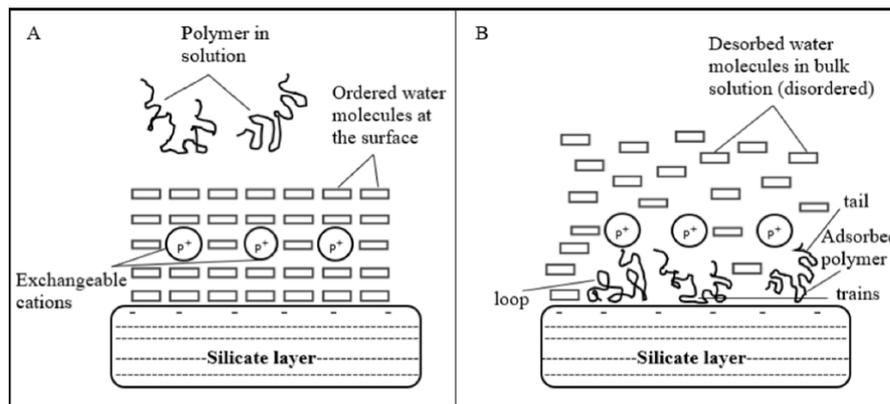


Figura 2.3. Diagrama ilustrativo da interação entre polímeros neutros e argilas. (a) antes adsorção do polímero; (b) após a dessorção das partículas de água. (modificado – Huang *et al.*, 2021).

Por outro lado, os polímeros catiônicos trabalham bem com os materiais argilosos devido a superfície destes solos ser, em geral, carregada negativamente. Isso faz com que o polímero crie pontes (*'bridges formation'*) na superfície e nas extremidades da partícula, gerando floculações.

Já os polímeros aniônicos, como o utilizado neste trabalho, são floculantes efetivos em ambientes catiônicos. Neste tipo, apenas alguns elementos da cadeia polimérica atuam na adsorção, e a maioria dela está associada aos laços (*loops*) e caudas (*tails*). Por esse motivo, a floculação acontece com mais facilidade já que as estruturas soltas (laços e caudas) criam uma maior distância atrativa as partículas vizinhas.

Por outro lado, os polímeros aniônicos tendem a ser repelidos da superfície das argilas e por isso uma baixa adsorção ocorre. Por essa razão é preciso ter atenção especial ao pH do ambiente que estão inseridos. Em ambientes ácidos, eles podem se comportar como os polímeros neutros e atuar entre as partículas lamelares do material. Neste caso, as interações eletrostáticas também são relevantes pois podem acontecer especialmente com o alumínio exposto na lateral da estrutural cristalina dos minerais, que em condições ácidas adquirem cargas positivas (Theng, 1982).

Os estudos sobre a interação dos polímeros com materiais granulares, como as areias, são menos explorados. Isto porque o mecanismo aparenta ser mais simples, já que as areias geralmente são de cargas neutras. Mohamed (2004) acredita que os benefícios hidráulicos e mecânicos observados na interação dos polímeros com os materiais granulares está relacionado a três fenômenos: (i) cobertura das partículas com um filme polimérico; (ii) formação de conexões entre as partículas vizinhas; (iii) desenvolvimento de adesão entre as partículas em contato.

### **2.3.1.3. ESTUDOS DE CASO**

Xing *et al.* (2018) investigaram o efeito de três tipos de polímeros comerciais na estabilização de um solo arenoso por meio de ensaios de compressão simples e de permeabilidade. Para todos os casos, os autores obtiveram uma significativa melhora nos parâmetros de resistência e redução da permeabilidade, especialmente com o aumento do período de cura e do teor polimérico. A estabilidade dos parâmetros foi alcançada com aproximadamente 14 dias.

O efeito do teor de polímero também foi comprovado por Liu *et al.* (2018). Estes autores realizaram ensaios de compressão simples, cisalhamento e compressão diametral, e concluíram que além do teor da solução, o peso específico seco é determinante para a resistência do compósito. Além disso, por meio de ensaios de microscopia óptica, os autores observaram que os polímeros atuam de forma coesiva entre as partículas, envolvendo-as e criando ligações.

Kolay *et al.* (2019) estudaram o efeito do polímero acrílicos em dois tipos de solos finos. Para isso, os autores utilizaram cinco diferentes teores que foram adicionados com relação ao peso específico seco do solo. As amostras foram compactadas no ponto ótimo e parte delas curadas em contato com o ar e outras em confinamento. Ensaio de compressão simples foram conduzidos para três diferentes períodos de cura (7, 14 e 28 dias). As amostras secas ao ar obtiveram melhores resultados, com crescimento de até 75% no valor da resistência a compressão.

Outros autores também seguiram a mesma linha de programa experimental para avaliar compósitos de solo e polímero, como Naeni *et al.* (2012), Okonta (2019), Mirzababei *et al.* (2017), Jigheh *et al.* (2019), Silva (2020). Não foi encontrado na literatura investigações sobre compósitos de polímeros com rejeitos de minério de ouro

### **2.3.2. ESTABILIZAÇÃO QUÍMICA COM CAL**

A cal como estabilizante pode ser utilizada em conjunto com outros tipos de materiais. O que irá definir a reatividade da cal e a resistência máxima da mistura estabilizada serão as propriedades mineralógicas da matriz (Said; Taib, 2009).

As reações envolvidas na mistura dos solos argilosos com cal podem ser divididas em dois processos: modificação e estabilização. O primeiro acontece rapidamente após a mistura dos materiais, geralmente de 24 h a 72 h dependendo da mineralogia da argila. Por outro lado, a estabilização acontece de forma mais lenta, produzindo um ganho progressivo de resistência e

uma melhoria na trabalhabilidade pela cristalização dos géis criados pela cal atreladas as partículas argilosas.

Durante a etapa de modificação, quando a cal é adicionada ao solo argiloso, uma reação de desidratação acontece, conforme:



onde o óxido de cálcio liberado é aderido na partícula de argila. Como esta é uma reação exotérmica parte da água será perdida por meio da produção de vapor.

Além disso, os íons de cálcio liberados interagem com os íons do solo por meio de trocas catiônicas. A habilidade do solo em participar dessas trocas é chamada de Capacidade de Trocas de Cátions (CTC). De forma quantitativa, CTC mede a disponibilidade de cargas negativas na superfície das partículas, que vão reter íons positivos como  $Al^{3+}$  e  $H^+$  em ambientes ácidos e  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$  e  $Mg^{2+}$  em ambientes neutros e alcalinos (Razzaghi *et al*, 2021).

Na agronomia este é um conceito interessante pois avalia a quantidade de cargas negativas que o solo possui, e assim, o poder de adsorção de nutrientes para disponibilização para as plantas. Isso faz com que esses elementos não sejam facilmente carregados pelas águas das chuvas. Já na engenharia civil CTC está relacionada a resistência mecânica dos solos (Yu *et al.*, 2014; Razzaghi *et al*, 2021). Essa condição influencia nas propriedades de engenharia dos solos, das quais destacam-se (Rogers & Glendinning, 1996):

- Há uma redução da espessura da camada de água adsorvida (e também da DCE) como leva a uma redução da suscetibilidade da argila à adição de água;
- A estrutura floculada passa a ser predominante. Isso acontece pela maior atração das partículas dada pela proximidade gerada pela redução da espessura da DCE;
- Há um aumento no ângulo de atrito e assim aumento da resistência ao cisalhamento sob condições normais de tensão;
- Ocorre uma mudança textural de argila plástica para um material com comportamento granular e frágil.

### **2.3.3. ESTABILIZAÇÃO DE REJEITOS DE MINÉRIO DE OURO**

Técnicas de estabilização de rejeitos de mineração vem sendo estudadas tanto para a aplicação destes materiais em estruturas geotécnicas quanto para armazená-los com maior segurança.

Kiventera *et al.* (2019) recomendam que essas técnicas sejam utilizadas antes da disposição final, as quais tem como objetivo misturar a parte sólida do rejeito com materiais que tragam melhorias nas propriedades mecânicas e que ainda impeçam a liberação de substâncias tóxicas ao meio ambiente.

Os autores destacaram essa questão toxicológica visto a preocupação de contaminação ambiental, especialmente quando se trata de rejeito de minério de ouro. Sabe-se que este tipo de resíduo possui altos níveis de sulfatos e metais pesados, os quais podem levar ao fenômeno da Drenagem Ácida de Minas (DAM) (Park *et al.*, 2019).

Neste contexto, Kinvetera *et al.* (2019) estudaram a aplicação de Cimento Sulfoaluminato de Cálcio Belítico (CSAB) como agente estabilizante em uma mistura com rejeito de minério de ouro. Segundo os autores, esse tipo de cimento é mais amigável ambientalmente, já que em sua produção é emitido menos CO<sub>2</sub> quando comparado ao Portland. Ademais, além de alta resistência com menor tempo de cura, boa resistência química e baixa permeabilidade, esse tipo de cimento oferece a capacidade de imobilizar elementos químicos com potencial danoso ao meio ambiente.

Os autores então prepararam diversas amostras a partir da mistura de rejeito de ouro no estado sólido (seco em estufa) com CSAB, uma areia padrão e água. Elas foram curadas a temperatura ambiente nos períodos de cura de 7, 28 e 90 dias, e em seguida foram submetidas a ensaios de compressão simples. Além disso, foram realizados ensaios de análise de difração de raios-X, análise termogravimétrica (TGA), análise do extrato lixiviado e análise de microscopia.

Os autores observaram pelos resultados de compressão simples que com as porcentagens de 50% e 25% de teor de rejeito de ouro como *binder*, houve resistências de até 70% do valor obtido para o CSAB puro. Além disso, essa resistência aumentou com o incremento do tempo de cura, o que é compatível com o processo de hidratação do cimento. Por fim, para as mesmas porcentagens apresentadas, os autores concluíram que houve uma alta imobilização dos agentes danosos ao meio ambiente, tanto os metais pesados quanto os sulfatos.

Ince (2019) utilizou os rejeitos de ouro em argamassa em substituição ao cimento e a areia, e avaliou os efeitos mecânicos e químicos dessas misturas, para diferentes períodos de cura (28 dias e 9 meses). O autor obteve um aumento na resistência a compressão nos dois casos, especialmente quando o rejeito substitui a areia, atingindo resistência máxima a compressão de 47 MPa com 30% de porcentagem de rejeito de ouro. Segundo ele, esse aumento na resistência decorre da distribuição granulométrica fina do rejeito, que se comporta como um *filler* no

material, atuando de forma coesiva, o que resulta em uma menor porosidade e uma microestrutura mais densa. Para a porcentagem de 30%, e substituindo a areia, a porosidade caiu de 38% para 25% depois de 9 meses.

Gcasamba *et al.* (2019) investigou o comportamento de rejeitos de minério de ouro de minas da África do Sul para serem aplicados em aterros. Os autores concluíram que o rejeito puro não apresenta requisitos mínimos para serem aplicados nessas estruturas, e por isso, precisariam ser combinados com outros materiais para melhorar suas propriedades.

Dessa maneira, Gcasamba *et al.* (2019) propuseram o uso de cimento para estabilização dos rejeitos. Para avaliar o desempenho, os autores conduziram uma série de ensaios geotécnicos (compressão simples, cisalhamento direto, permeabilidade, adensamento), com diferentes períodos de cura (7, 28 e 56 dias). Os autores concluíram que há um incremento de resistência mecânica com o uso do cimento.

Por outro lado, o comportamento hidráulico não foi favorável. Com a adição de cimento, houve um aumento do coeficiente de permeabilidade a partir dos 7 dias, causado pelas reações de hidratação do cimento, o que levou a formação de fissuras no corpo de prova. Esse comportamento é indesejável para aplicação em obras geotécnicas, uma vez que essas fissuras podem ser canais preferenciais de fluxo, levando a processos erosivos e consequentes danos a estabilidade da estrutura (Gcasamba *et al.*, 2019).

Além da adição de materiais cimentícios para melhorar as propriedades dos rejeitos, o uso de fibras sintéticas também tem sido estudado (Consoli *et al.*, 2009). Festugato *et al.* (2013) investigaram a resposta monotônica e cíclica de rejeitos de ouro estabilizados com cimento e reforçados com fibras de polipropileno. Ensaios monotônicos mostraram que a adição de fibra gerou uma resposta de endurecimento nas amostras. Já para os ensaios cíclicos, a adição de fibra aumentou a resistência ao cisalhamento. Em seguida, Festugato *et al.* (2015) avaliaram o comportamento do rejeito de ouro reforçado apenas com fibras de polipropileno e concluíram que houve um aumento da rigidez e da resistência ao cisalhamento.

Por sua vez, Consoli *et al.* (2017) propuseram a melhoria das propriedades mecânicas dos rejeitos de minério de ouro por meio da compactação, inserção de fibras poliméricas e cimento Portland. Os autores concluíram que o uso de fibras reduziu a perda de massa nas amostras após ciclos de secagem e molhagem. Além disso, houve melhoria nas propriedades de resistência e durabilidade.

## 2.4. SOLUÇÕES DE REFORÇO

Estratégias de reforço em materiais geotécnicos visam associar os benefícios de pelo menos dois materiais na formação de um compósito com melhores propriedades de engenharia. Este tipo de solução é antigo, uma vez que os Incas já a utilizavam para construção de estradas para templos religiosos (Palmeira, 2018).

Apesar do empirismo ter demonstrado sua eficiência, o uso de fibras como elemento de reforço nos materiais geotécnicos começou a ser investigado cientificamente apenas na década de 1980. Um dos primeiros trabalhos na área feito por Endo (1980) demonstrou os ganhos na estabilidade de encostas reforçadas com fibras vegetais. O estudo constatou que a resistência ao cisalhamento foi consideravelmente incrementada. Os autores ainda concluíram que o critério de ruptura de Mohr-Coulomb poderia também ser utilizado para o compósito, com a parcela de coesão sendo a soma das contribuições da coesão do solo mais das fibras.

Outros estudos sobre o reforço de solos granulares com a inserção de fibras aleatórias também foram feitos nesta mesma década, como Gray & Ohashi (1983), Gray & Al-Refeai (1986) e Maher & Gray (1990). Conforme sintetizado por Consoli *et al.* (1999), uma revisão da literatura mostrou que as fibras levam a um aumento na resistência e na ductilidade dos materiais. Esse incremento nas propriedades mecânicas é função direta do teor de fibras até um ponto ótimo, a partir do qual o reforço se torna inviável.

Diversos autores ressaltam as vantagens do uso de fibras aleatoriamente distribuídas sobre os elementos poliméricos planares, já que estes últimos criam potenciais planos de fraquezas paralelos a interface reforço-matriz (Gray & Al-Refeai, 1986; Maher & Gray, 1990; Consoli *et al.*, 1998).

A bibliografia indica que os compósitos reforçados com fibras possuem dois principais tipos de ruptura que dependem da tensão confinante, sendo eles: deslizamento das fibras (*friction-slipping* ou *stress cracking*), que ocorre a baixas tensões; e ruptura da fibra por tração, para altas tensões. Além do nível de confinamento, a ruptura é influenciada pela resistência a tração e comprimento das fibras.

Johnston (1994) *apud* Casagrande (2005) resalta também que a orientação da fibra com relação ao plano de ruptura influencia no comportamento pós pico. Isto porque fibras paralelas ao plano de ruptura não possuem efeito de ancoragem das fissuras, enquanto que as perpendiculares estão geometricamente em melhor posição.

O desenvolvimento das pesquisas especialmente com fibras vegetais levantou uma preocupação com a durabilidade destes materiais, especialmente em ambientes agressivos. Por esta razão as fibras sintéticas ganharam espaço pelo seu comportamento mecânico mais atrativo e sendo mais resistentes a ataques químicos. Neste contexto, na próxima seção serão apresentados os principais tipos de fibras utilizados para reforço de materiais geotécnicos.

#### 2.4.1. FIBRAS DE REFORÇO

As fibras podem ser classificadas de acordo com a sua matéria prima, sendo elas: vegetais, minerais, metálicas e poliméricas. Cada uma delas apresentam vantagens e desvantagens que devem ser avaliadas em cada situação de uso.

As fibras vegetais têm como origem as plantas, sendo elas de caule, de folha, de semente ou de fruto. A principal desvantagem está na sua durabilidade, pois fungos, microrganismos e ambientes ácidos podem levar a degradação delas. Além disso, as propriedades mecânicas das fibras vegetais são inferiores as demais, não atendendo diversas situações de projeto. Na Tab. 2.1 são apresentadas as principais propriedades das fibras mais pesquisadas.

Tabela 2.1. Propriedades de algumas fibras vegetais (Giacomini, 2003; Spinacé *et al*, 2009; Silveira, 2018 *apud* Sotomayor, 2018)

Fibra	Diâmetro (µm)	Densidade Específica	Resistência à tração (GPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento na ruptura (%)
Curauá	70	1,2	0,47	10,0	4,53
Sisal	228	1,1	0,27	5,5	5,21
Rami	-	1,5	0,50	27,2	1,80

As fibras minerais também fazem parte do grupo de fibras naturais e são constituídas essencialmente por silicatos. Um exemplo bem conhecido é o amianto, que tem seu uso restrito por causar danos à saúde humana. Na Tab. 2.2. são apresentadas as propriedades de algumas fibras minerais.

Tabela 2.2. Propriedades de algumas fibras minerais (Curcio, 2001 *apud* Sotomayor, 2018)

Fibra	Diâmetro ( $\mu\text{m}$ )	Densidade Específica	Resistência à tração (GPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento na ruptura (%)
Carbono	10	1,90	5,50	400	1,80
Vidro	15	2,50	4,50	87	5,00
Asbesto	-	2,50	1,00	160	0,62

As fibras metálicas são comumente utilizadas para o concreto, especialmente em estruturas de piso, pavimentos rígidos e concreto projetado para suporte de túneis. Os principais benefícios estão relacionados ao aumento da resistência a fadiga e ao impacto, além de um maior controle da fissuração. Contudo, a sua alta rigidez limita o uso em materiais menos rígidos e mais deformáveis, como no caso dos rejeitos (Sotomayor, 2018). Para fins de comparação, na Tab. 2.3. são apresentadas as principais propriedades das fibras de aço.

Tabela 2.3. Propriedades das fibras de aço (Bentur & Mindess *apud* Sotomayor, 2018)

Fibra	Diâmetro ( $\mu\text{m}$ )	Densidade Específica	Resistência à tração (GPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento na ruptura (%)
Aço	100-1000	7,84	0,5-2,6	210	0,5-3,5

Por fim, as fibras poliméricas têm propriedades interessantes para serem utilizadas com os rejeitos pois são quimicamente neutras, não degradáveis e apresentam propriedades físicas e mecânicas adequadas a formação de compósitos. Na Tab. 2.4 são apresentadas as principais propriedades das fibras poliméricas.

Tabela 2.4. Propriedades de algumas fibras poliméricas (Bentur & Mindess *apud* Sotomayor, 2018)

Fibra	Diâmetro (µm)	Densidade Específica	Resistência à tração (GPa)	Módulo de Young (GPa)	Alongamento na ruptura (%)
Polipropileno	20-400	0,90-0,95	0,45-0,76	3,5-10	15-25
Polietileno	25-1000	0,92-0,96	0,08-0,60	5,0	3-100
Nylon	23-400	1,14	0,75-1,00	4,1-5,2	16-20
Acrílica	20-350	1,16-1,18	0,20-1,00	14-19	10-50

Atualmente as fibras sintéticas estão sendo utilizadas em diferentes aplicações na geotecnia com comprimentos menores que 50 mm, diâmetros até 1 mm e teores em termos de massa entre 0,25% e 0,5% (Palmeira, 2018).

#### **2.4.2. REFORÇO COM FIBRAS EM MATERIAIS ESTABILIZADOS QUIMICAMENTE**

Muitos autores avaliam os benefícios do reforço de solos, porém a análise de compósitos estabilizados quimicamente e reforçados com fibras ainda é pouco explorada. Menos ainda é estudado sobre os rejeitos de mineração submetidos as essas técnicas de melhorias.

Johnston (1994) *apud* Casagrande (2005) diz que na presença de uma matriz cimentada as fibras podem atuar de duas maneiras: reforçando o compósito contra os carregamentos que induzem as tensões de tração; e melhorando a ductilidade e a tenacidade de matrizes frágeis.

Maher & Ho (1993) e Consoli *et al.* (1999) estudaram a influência da adição de fibras de vidro em solos cimentados. Para conduzir esses estudos, os autores focaram na análise da influência do comprimento das fibras e também no teor de inclusões, por meio de ensaios triaxiais. Eles ainda observaram a possibilidade de alterações no teor de cimento utilizado quando os materiais foram reforçados.

Os primeiros autores concluíram que a adição de fibras levou a um significativo aumento das resistências a tração e a compressão de areias cimentadas. Segundo eles, o reforço aumentou o

ângulo de atrito e o intercepto coesivo, contribuiu com a resistência residual e a capacidade de absorver energia, quando comparado ao material apenas cimentado.

Consoli *et al.* (1999) encontraram resultados que corroboraram com apresentados por Maher & Ho (1993). Os autores adicionaram ainda que o aumento da resistência ao cisalhamento é mais eficiente para menores teores de cimento. Segundo eles, a eficiência do reforço em solos cimentados está relacionada ao teor de cimento e ao teor de fibras para melhoramento da resistência mecânica, e das tensões confinantes para aumento da ductilidade.

Oliveira *et al.* (2018) avaliou solos cimentados reforçados com fibras de polipropileno por meio de ensaios de carregamento cíclicos. Os resultados mostraram que o reforço levou a uma redução nas deformações plásticas axiais, porém um aumento na fração de partículas de tamanho silte/argila tem efeito reverso.

Em suma, os principais parâmetros que ditam o comportamento dos compósitos estabilizados e reforçados com fibras são apresentados por Taylor (1994), sendo eles: teor de fibra, módulo de elasticidade da fibra, aderência entre a fibra e a matriz, resistência da fibra e comprimento da fibra.

- Teor de fibra: um aumento no teor de fibras leva a uma maior resistência pós pico e menor dimensão das fissuras. Contudo, conforme dito anteriormente, há um valor a partir do qual o incremento de fibras já não confere a resistência adicional.
- Aderência entre a matriz e a fibra: as propriedades mecânicas do compósito estarão diretamente relacionadas a aderência entre os materiais, uma vez que um dos principais mecanismos de ruptura é a perda de ancoragem.
- Resistência da fibra: esta propriedade irá influenciar nas características pós fissuração, uma vez que a fibra passa a ser solicitada após a abertura das fissuras.
- Comprimento das fibras: quanto maior o comprimento do reforço menor a probabilidade de que ela seja arrancada. Associado ao comprimento é importante também avaliar a relação com o diâmetro, que dá origem a uma propriedade conhecida como fator de forma.

### 2.4.3. MODELOS PARA PREVISÃO DO COMPORTAMENTO DE MATERIAIS REFORÇADOS COM FIBRAS

Diversos modelos foram desenvolvidos para explicar o comportamento de solos reforçados com fibras aleatoriamente distribuídas. Alguns se basearam em análises mecánísticas (Maher & Gray, 1990), na energia de dissipação (Michalowski & Zhao, 1996) e em análises estatísticas (Ranjan *et al.*, 1996). Contudo, alguns parâmetros necessários para uso destes modelos são de difícil determinação.

Por isso, Zornberg (2002) propôs um modelo simplificado para estimar a resistência ao cisalhamento de compósitos solo-fibra para problemas de estabilidade de encostas. A metodologia proposta considera as fibras como elementos discretos que contribuem com a resistência por uma tensão adicional ( $t$ ) que atua no plano de cisalhamento, conforme esquema apresentado na Fig. 2.4.

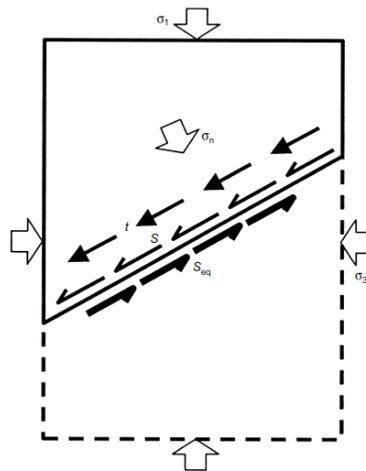


Figura 2.4. Resistência ao cisalhamento sob condições triaxiais para compósitos solo-fibra (Zornberg, 2002).

De acordo com o autor, esse valor de  $t$  é dependente do nível de tensões que o material está submetido, pois isso irá determinar se haverá ruptura por arrancamento ou por tração das fibras. Dessa maneira, existe uma tensão normal crítica que determina um ou outro tipo de ruptura, conforme:

$$\sigma_{n,crit} = \frac{\sigma_{f,ult} - \eta c_{i,c} c}{\eta c_{i,\phi} \tan\phi} \quad 2.2$$

em que  $\sigma_{n,crit}$  é a tensão normal crítica;  $\sigma_{f,ult}$  a resistência à tração última de uma fibra;  $\eta$  a razão entre o comprimento e o diâmetro da fibra;  $c_{i,c}$  a razão entre a adesão entre solo e fibra e a coesão do solo;  $c$  a coesão do solo;  $c_{i,\phi}$  a razão entre a tangente do ângulo de atrito entre solo e fibra e a tangente do ângulo de atrito do solo; e o  $\phi$  o ângulo de atrito do solo.

Por esta equação sabe-se que para valores de tensões normais menores que  $\sigma_{n,crit}$  ocorrerá a ruptura por ancoragem da fibra e para valores maiores a fibra romperá por tração. De acordo com Zornberg (2002), valores usuais de resistência a tração das fibras levam a uma tensão normal crítica muito superior aos níveis de tensão trabalhados em obras geotécnicas. Por esta maneira, em geral, as rupturas se dão na ancoragem solo-fibra.

Caso o mecanismo de ruptura por ancoragem seja dominante, o autor diz que a resistência ao cisalhamento pode ser descrita como:

$$S_{eq,p} = c_{eq,p} + \tan\phi_{eq,p} \sigma_n \quad 2.3$$

onde  $S_{eq,p}$  é a resistência ao cisalhamento equivalente da mistura no caso da ruptura por ancoragem das fibras; e  $\sigma_n$  a tensão normal no plano de cisalhamento.;  $c_{eq,p}$  a coesão equivalente da mistura descrito pela equação:

$$c_{eq,p} = (1 + \alpha \eta \chi c_{i,c}) c \quad 2.4$$

$\tan\phi_{eq,p}$  a tangente do ângulo de atrito equivalente da mistura, conforme:

$$\tan\phi_{eq,p} = (1 + \alpha \eta \chi c_{i,\phi}) \tan\phi \quad 2.5$$

onde  $\alpha$  é um coeficiente empírico para levar em conta a orientação das fibras (assumindo como igual a 1 para fibras distribuídas aleatoriamente na massa de solo); e  $\chi$  o teor volumétrico de fibras na mistura (igual ao volume total de fibras dividido pelo volume da mistura).

Para o caso de ruptura a tração das fibras, a resistência ao cisalhamento é dada por:

$$S_{eq,t} = c_{eq,t} + \tan\phi_{eq,t} \sigma_n \quad 2.6$$

$$c_{eq,t} = c + \alpha \chi \sigma_{f,ult} \quad 2.7$$

$$\tan\phi_{eq,t} = \tan\phi \quad 2.8$$

onde  $S_{eq,t}$  é a resistência ao cisalhamento equivalente no caso de ruptura por tração das fibras;  $c_{eq,t}$  a coesão equivalente da mistura; e  $\tan\phi_{eq,t}$  a tangente do ângulo de atrito equivalente da mistura. Na Fig. 2.5 são apresentadas as envoltórias de ruptura de acordo com a metodologia proposta.

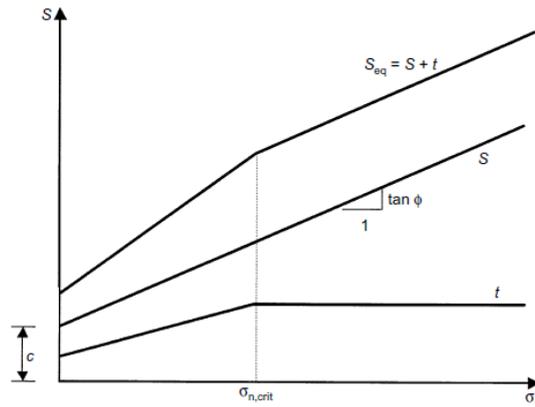


Figura 2.5. Envoltórias de ruptura para solos reforçados com fibras (Zornberg, 2002).

Consoli *et al.* (2013) também apresentaram uma metodologia para determinação da envoltória de ruptura de areias cimentadas reforçadas com fibras, a partir de ensaios de tração e de compressão uniaxial. A proposta dos autores levou a um avanço para os solos cimentados reforçados pois retira a necessidade da realização de ensaios mais onerosos, como os ensaios triaxiais.

Segundo os autores, a coesão e o ângulo de atrito podem ser determinados a partir de um escalar ( $\xi$ ) que é definido pela Eq. 2.9. Essa relação se mostrou verdadeira para solos cimentados e estabilizados com cal (Consoli *et al.*, 2010, 2012, 2013).

$$\xi = \sigma_t / \sigma_c \quad 2.9$$

A partir do conhecimento deste escalar seria então possível determinar os parâmetros de resistência de Mohr-Coulomb por meio das equações Eq. 2.10 e Eq. 2.11.

$$\phi' = \arcsen \frac{1 - 4\xi}{1 - 2\xi} \quad 2.10$$

$$c' = \frac{\sigma_c \left[ 1 - \left( \frac{1 - 4\xi}{1 - 2\xi} \right) \right]}{2 \cos \left[ \arcsen \left( \frac{1 - 4\xi}{1 - 2\xi} \right) \right]} \quad 2.11$$

## 2.5. ESTUDOS DE DOSAGEM

Apesar de muitos estudos comprovarem a eficácia dos métodos de estabilização para melhoria das propriedades dos rejeitos, não foi encontrado na literatura um método racional para dosagem destes materiais com polímeros.

No caso dos solos, Consoli *et al.* (2007) apresentaram os primeiros estudos de métodos racionais para dosagem de solos estabilizados com cimento. O autor concluiu que, assim como a relação água cimento impacta diretamente na resistência do concreto, há também uma relação única entre a porosidade e o teor volumétrico do cimento que permite estimar valores de resistência para misturas de solo-cimento.

Os autores realizaram uma campanha sistemática de ensaios de compressão simples e triaxiais para validação, com amostras padronizadas de mesmo teor de umidade, com diferentes teores de cimento e variando o peso específico seco. Como resultado, obtiveram empiricamente uma relação para prever a resistência a compressão simples do material a partir da porosidade ( $\eta$ ) e do teor volumétrico de cimento ( $C_{iv}$ ), também em porcentagem, descrita como:

$$q_u = 5,03 \cdot 10^7 \left[ \frac{\eta}{C_{iv}^{0,28}} \right]^{3,32} \quad 2.12$$

A partir dos resultados experimentais, foi definido um coeficiente para ser aplicado na relação porosidade e o teor volumétrico de cimento, de 0,28, que representa a curva de resistência a compressão simples para o solo e o cimento utilizado.

Consoli *et al.* (2011a) avaliaram a influência dessas variáveis no controle da resistência mecânica de solos estabilizados com cinza volante e cal. Resultados mostraram que a resistência a compressão não confinada aumentou linearmente com a quantidade de cal. Os autores também obtiveram uma função mais adequada a relação da porosidade para este tipo de material.

Já para solos-cimento reforçados com fibra, Consoli *et al.* (2011b) também propuseram uma correlação única entre a porosidade e o teor volumétrico de cimento, tanto para as amostras reforçadas quanto para as não reforçadas. Os autores comprovaram que a razão entre porosidade

e o teor volumétrico é o parâmetro chave para medir a resistência a compressão não confinada deste material.

Consoli *et al.* (2013) ampliaram a metodologia de dosagem anterior para, além da resistência a compressão não confinada, também obter a resistência a tração para amostras de solo cimento reforçado com fibras. Para isso, os autores realizaram uma campanha de ensaios de compressão simples não confinada e ensaios de tração para quatro diferentes valores de peso específico seco (17,3 kN/m<sup>3</sup>, 18 kN/m<sup>3</sup>, 19 kN/m<sup>3</sup> e 19,7 kN/m<sup>3</sup>) e cinco teores volumétricos de cimento (1%, 2%, 3%, 5% e 7%).

Os autores observaram que o teor de cimento tem grande efeito na resistência a tração e a compressão do compósito, já que uma pequena adição de cimento gera significantes ganhos. De forma análoga, a redução da porosidade da mistura compactada também oferece melhorias nas resistências investigadas. A partir desses resultados, os autores concluíram que tanto a resistência a compressão quanto a tração são dependentes da porosidade e do teor de cimento existente na mistura.

A mesma metodologia foi aplicada para rejeitos de ouro estabilizados com cimento por Consoli *et al.* (2017). Os autores também concluíram que a relação entre a porosidade e o teor volumétrico de cimento é aplicável para esse tipo de compósito.

Para aplicação deste índice é importante a correta definição da porosidade ( $\eta$ ) do compósito formado. De acordo com Consoli *et al.* (2011a), a  $\eta$  precisa levar em consideração o peso específico do compósito, a quantidade dos estabilizantes e o peso específico dos sólidos de cada um deles.

Consoli *et al.* (2019) propôs para o compósito formado por areia, cal de carbureto e cinza volante para cálculo da porosidade a equação:

$$\eta = 100 - 100 \left\{ \left[ \frac{\gamma_d}{\frac{S}{100} + \frac{RHA}{100} + \frac{CL}{100}} \right] \left[ \frac{S}{\gamma_{SS}} + \frac{RHA}{\gamma_{SRHA}} + \frac{CL}{\gamma_{SCL}} \right] \right\} \quad 2.13$$

onde: S é o teor de areia; RHA o teor de cinza volante; CL o teor de cal de carbureto;  $\gamma_d$  o peso específico do compósito;  $\gamma_{SS}$  peso específico dos sólidos de areia;  $\gamma_{SRHA}$  peso específico dos sólidos de cinza volante;  $\gamma_{SCL}$  peso específico dos sólidos de cal de carbureto.

Com o objetivo de obter uma relação única que descreva o comportamento do compósito, os autores também propuseram o cálculo de um index relacionado ao teor de estabilizante, chamado de  $B_{iv}$ , representando a influência dos aglomerantes no compósito final. O cálculo proposto é apresentado por:

$$B_{iv} = \frac{V_{RHA} + V_{CL}}{V} = \frac{m_{RHA}/\gamma_{SRHA} + m_{CL}/\gamma_{SCL}}{V} \quad 2.14$$

onde  $m_{RHA}$  e  $m_{CL}$  representam a massa de cinza volante e cal de carbureto, respectivamente.

Uma vez que a relação entre a porosidade e o índice volumétrico do estabilizante esteja definido, conforme apresentado por Consoli *et al.* (2016, 2018) é possível prever a resistência máxima a compressão simples ( $q_u$ ) de um solo cimentado como:

$$q_u = A \left[ \frac{\eta}{B_{iv}^D} \right]^{-E} \quad 2.15$$

onde A, D e E são escalares. Diambra *et al.* (2018) utilizando um modelo número-experimental e baseado nos princípios de modelagem constitutiva da mecânica dos estados críticos concluíram que há uma relação teórica entre a razão da porosidade com o teor volumétrico de cimento com as resistências a compressão e a tração. Segundo os autores, a equação seria descrita conforme:

$$q_u = K \left[ \frac{\eta}{B_{iv}^{1/a}} \right]^{-a} \quad 2.16$$

Comparando as equações obtidas por Diambra *et al.* (2018) e por Consoli *et al.* (2016) é possível perceber que o coeficiente do teor volumétrico de cimento é o inverso do expoente de toda a razão. Segundo os autores, o parâmetro  $K$  é afetado diretamente pela resistência das ligações do estabilizante com a matriz e o parâmetro  $a$  é controlado pelas propriedades do solo e pela relação da resistência de pico com a densidade do solo.

A partir da comparação entre as equações empíricas e teóricas, conclui-se que o valor de D pode ser considerado como 0,28 para os solos cimentados. Isso faz com que  $a$  assumo o valor de 3,57.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

---

#### 3.1. MATERIAIS

Nesta pesquisa o foco investigativo é no compósito formado pelo rejeito de minério de ouro e a solução polimérica (RP). A fim de entender o comportamento deste material com a ação de outros elementos comuns em melhoria e reforço de solo, propôs-se também a adição de cal e fibras. Desta maneira utilizou-se a seguinte nomenclatura para os compósitos: rejeito-polímero (RP); rejeito-polímero-fibra (RPF); rejeito-polímero-cal (RPC).

##### 3.1.1. REJEITO DE MINÉRIO DE OURO

O minério de ouro utilizado foi extraído do depósito do Morro do Ouro, na cidade de Paracatu, Minas Gerais, a 240 km a sudeste da capital federal e a 500 km de Belo Horizonte. O local tem as coordenadas de identificação 17° 13' 01" de latitude sul e 46° 52' 17" de longitude oeste.

O depósito está hospedado nos filitos carbonosos da Formação Paracatu (Membro Morro do Ouro) pertencente ao Grupo Canastra, Zona externa da Faixa Brasília. O Grupo Canastra é composto por uma associação de rochas metassedimentares detríticas caracterizadas por camadas de filitos cinzas com intercalações quartzosas (2 a 12 m de espessura) (Amorim, 2007; Rodrigues *et al.*, 2010).

A mina Morro do Ouro é explorada pelo Grupo Kinross com um dos menores teores do mundo (< 0,4 g/t), com uma produção de 15 toneladas por ano de ouro (Almeida, 2009). O beneficiamento do minério consiste em: britagem de 100% a 25 mm, moagem com 92% passando na malha de 100#, flotação, concentração gravimétrica. (Amorim, 2007).

O rejeito utilizado nesta pesquisa é proveniente da etapa de flotação, conforme apresentado no fluxo de processos na Fig. 3.1, e foi extraído da Mina do Morro do Ouro na própria área de deposição. A amostra foi enviada para o Laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília em cinco sacos de aproximadamente 20 kg, totalizando 110 kg de material.

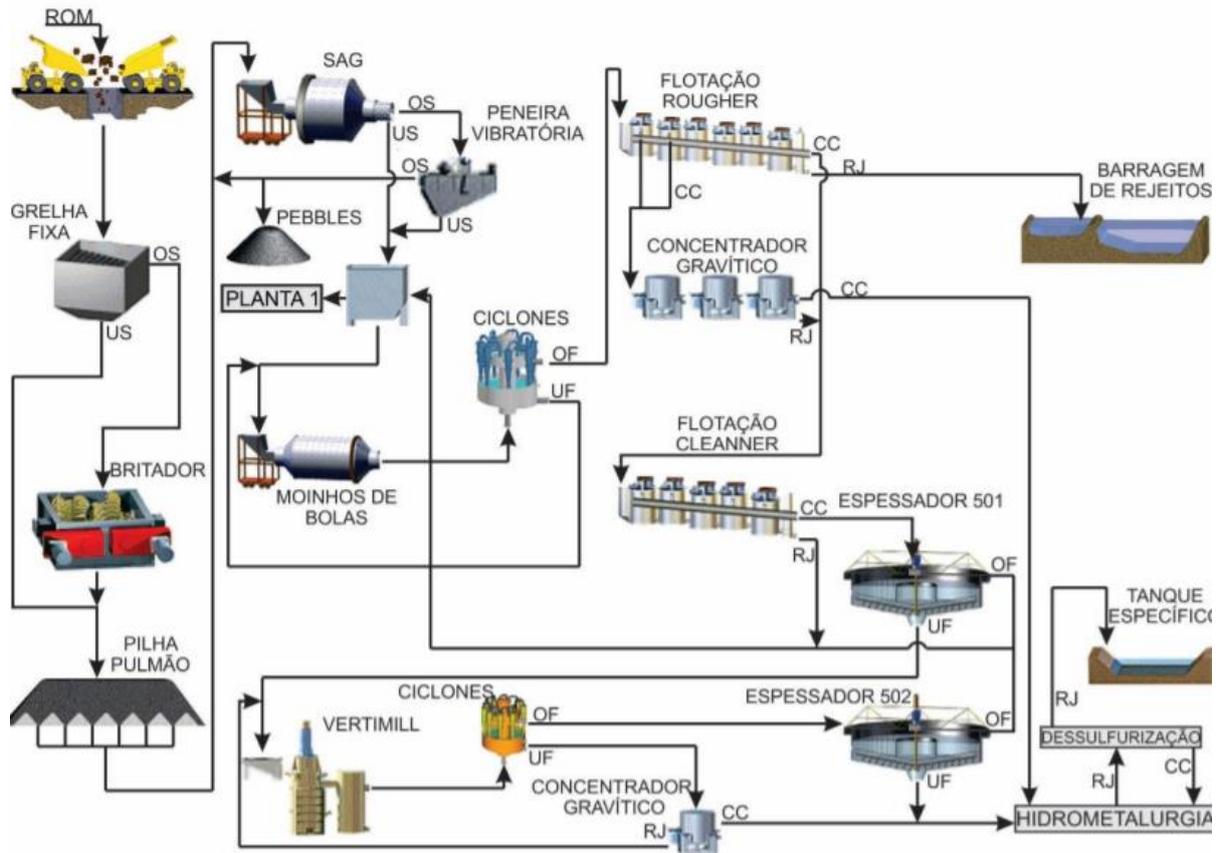


Figura 3.1. Fluxograma de Processos – Kinross. (Silva *et al.*, 2015).

O material apresentava consistência pastosa (polpa), com umidade de 20,22% e com grande quantidade de pedregulho, conforme Fig. 3.2. Dois principais tipos de fragmentos rochosos foram encontrados no material, conforme Fig. 3.3.



(a)



(b)

Figura 3.2. Rejeito de minério de ouro (a) durante o recebimento; (b) material seco.



Figura 3.3. Fragmentos rochosos encontrados no rejeito.

A amostra então foi seca em estufa a 105°C para ser utilizada na forma sólida. Amostras foram coletadas para constatar se o material estava realmente seco. Nesta pesquisa utilizou-se apenas a fração fina do rejeito, já que os fragmentos rochosos apresentavam alta variabilidade e inviabilizavam a moldagem dos corpos de prova. Por isso, todo o material foi destorroado, conforme Fig. 3.4, e peneirado na peneira N°10 (2,0 mm) para separar o material grosso.



Figura 3.4. Comparação entre amostra seca e destorroadada.

Uma análise tátil visual da parte fina do rejeito recebido indicou pouca aspereza e certa facilidade a moldagem (plasticidade) em umidades mais elevadas. Com a amostra seca, observou-se que havia torrões resistentes e com baixa velocidade de sedimentação, quando comparado a amostras arenosas.

### 3.1.2. POLÍMERO

Nesta pesquisa o polímero utilizado é o TERRAFIX 11 (CAS: 25035-69-2) que é produzido e distribuído pela empresa Waterflows. Ele consiste em um copolímero acrílico-estirenado, orgânico, obtido aleatoriamente e se apresenta na forma de uma emulsão aquosa de caráter aniônico. O polímero possui pH 8,0-9,0, densidade de 0,98-1,04 g/cm<sup>3</sup>, viscosidade 3.000-10.000 cP e é totalmente solúvel em água. De acordo com informações prestadas pelo fabricante, o produto é frequentemente utilizado em obras de pavimentação, como selante (reductor de poeira) e como estabilizante do solo.

Devido a questões de sigilo comercial e industrial, a composição quali-quantitativa não foi fornecida. Por outro lado, o fabricante informa três compostos existentes no polímero que podem possuir impurezas com potencial toxicológico, apresentado na Tab. 3.1.

Tabela 3.1. Componentes toxicológicos do produto (Waterflows, 2019)

Composto Químico	Fórmula Química	Faixa de Concentração (%)
Éster de ácido acrílico na forma livre	C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> O	<0,5
Vinil Benzeno	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>	<0,5
Amoníaco em Solução	H <sub>5</sub> NO	<0,25

Silva (2020) e Carneiro (2020) realizaram estudos de caracterização química e biológica do polímero para melhor entendimento da sua composição. O ensaio de Espectrometria de Florescência de Raios X (XRF/EDX) e de Análise Elementar de CHN conduzido pelas pesquisadoras constatou que o polímero pesquisado possui grande quantidade de carbono (69%), seguido de hidrogênio (7%), nitrogênio (0,5%) e de outros elementos químicos oriundos do processo de polimerização.

Silva (2020) realizou a análise do lixiviado nos compósitos de areia com polímero, para duas concentrações de solução polimérica (2,5% e 5%). Carneiro (2020), por sua vez, realizou a análise do lixiviado para os compósitos de rejeito de minério de ferro e o polímero.

Em ambos os trabalhos, conclui-se o uso deste polímero não levaria a contaminação do meio ambiente, uma vez as concentrações obtidas são inferiores aos limites propostos pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) na resolução n° 420/2009.

### 3.1.3. FIBRAS DE POLIPROPILENO

Fibras sintéticas foram utilizadas para reforço dos compósitos formados por rejeito e polímero. A proposta foi melhorar as propriedades mecânicas do compósito, especialmente a resposta pós-pico.

Foram então selecionadas as fibras de polipropileno que são comercializadas pela Maccaferri com o nome comercial de FibroMac, as quais apresentam alta resistência a ambientes ácidos. De acordo com o fabricante, o uso delas é recomendado em concretos e argamassas para redução das fissuras.

As fibras são comercializadas em pacotes de 5 gramas, a partir dos quais é feita a abertura das tramas para inserção no rejeito. As principais propriedades são apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2. Características técnicas das fibras de polipropileno (Sotomayor, 2018).

Propriedades	Valor
Diâmetro	18 dtex (0,023 mm)
Seção	Circular
Comprimento	25 mm
Peso específico	0,91 g/cm <sup>3</sup>
Temperatura de fusão	160 °C
Temperatura de Ignição	365 °C
Resistência à tração	300 MPa
Módulo de Young	3000 MPa

### 3.1.4. CAL HIDRATADA

A cal hidratada foi utilizada na formação de compósitos juntamente com o rejeito puro e as soluções poliméricas. Foi relatado pelos executores que o uso da cal associado ao polímero é comum em campo para os solos argilosos. Desta maneira, resolveu-se investigar essa solução.

Para isso utilizou-se uma cal hidratada CH-III, oriunda da calcinação Nossa Senhora da Guia Ltda. O teor inserido foi de 1% com relação a massa da matriz, o qual foi determinado pelo método do pHmetro, conforme apresentado nos resultados desta pesquisa.

### 3.1.5. MOLDAGEM DOS COMPÓSITOS

O polímero é inserido na matriz de rejeito na forma de solução, ou seja, uma mistura de polímero mais água, devido ao potencial de solubilidade. Nesta tese foram utilizados dois teores de solução: 40% e 60%. Estes valores se referem a quantidade de polímero na solução, conforme Fig. 3.5.

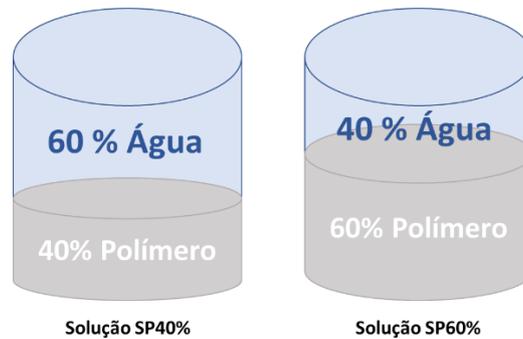


Figura 3.5. Soluções poliméricas: SP40 e SP60.

A solução preparada foi então adicionada a matriz de rejeito de acordo com a umidade ótima obtida pelo ensaio de compactação. O cálculo da quantidade adicionada é feito em massa, assim como para os processos convencionais de umedecimento do solo.

Os compósitos com adição de fibra moldados a partir de um processo sistemático de mistura entre os materiais: rejeito puro – seco em estufa a 105°C e já em temperatura ambiente; fibras de polipropileno com as tramas já abertas; e solução polimérica de 40% e 60% de polímero, conforme Fig. 3.6. Foi utilizado um teor de 0,5% de fibras em relação ao peso seco da matriz (rejeito) e a solução polimérica foi adicionada conforme a umidade ótima.



Figura 3.6. Materiais para o compósito rejeito-polímero-fibra (RPF).

A moldagem dos corpos de prova consistiu em um processo sistemático de quatro etapas: (i) o rejeito, a solução polimérica e as fibras foram pesadas e divididas em três partes; (ii) em um recipiente, cada uma dessas partes foi dividida em outras duas; (iii) a primeira camada de rejeito foi espalhada, escarificada e as fibras posicionadas de forma aleatória; (iv) a solução polimérica foi então espargida, simulando as condições de campo. O processo se repetiu para o restante do material.

É importante garantir uma regularidade na mistura para que as fibras estejam distribuídas por todo o material. Espargir a solução polimérica também se mostrou como a melhor alternativa neste compósito, para ter uma maior homogeneidade da solução sobre as fibras e o rejeito.

Por fim, para a moldagem das amostras rejeito-polímero-cal (RPC), conforme Fig. 3.7, primeiramente fez-se a mistura da cal com o rejeito puro previamente seco em estufa a 105 °C. Em seguida, a porção foi dividida em duas partes, nas quais a solução polimérica foi aplicada e o material homogeneizado.



Figura 3.7. Compósitos rejeito-polímero-cal (RPC).

### 3.2. PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental baseou-se na metodologia proposta pelo planejamento de experimentos fatorial  $2^k$ . Por este método, é avaliada em dois níveis a influência de  $k$  fatores na variável resposta. É possível que nem todos os fatores afetem da mesma maneira, sendo que alguns podem nem ter efeito.

O experimento fatorial  $2^k$  é a estratégia mais interessante para determinar a influência de um ou mais fatores sobre a variáveis resposta, isto porque:

- requer menos recursos (experimentos, tempo, material) que outros métodos;
- as estimativas dos efeitos fatoriais são precisas;
- as interações entre os fatores podem ser estimadas sistematicamente;
- e as informações obtidas refletem a resposta de uma região experimental maior, já que cada efeito fatorial é calculado considerando todas as combinações possíveis dos níveis dos outros fatores.

Neste contexto, dividem-se as variáveis desta pesquisa em três grupos: variáveis investigadas, variáveis fixas e variáveis de resposta.

As variáveis investigadas são:

- Massa específica aparente seca do compósito compactado;
- Teor de umidade;
- Relação porosidade/teor volumétrico de polímero.

As variáveis fixas são:

- Tipo de rejeito;
- Tipo de polímero;
- Teor polimérico;
- Tempo de cura: 7 e 28 dias;
- Taxa de deformação nos ensaios de compressão simples;
- Taxa de deformação nos ensaios de cisalhamento.

As variáveis de resposta são:

- Resistência à compressão simples;
- Resistência ao cisalhamento;
- Módulo cisalhante a pequenas deformações;
- Sucção matricial.

A Tab. 3.3 apresenta de forma esquemática as etapas do programa experimental, bem como o tipo e o número de ensaios realizados em cada etapa.

Tabela 3.3. Programa Experimental.

ETAPA	ENSAIO	MATERIAL
Caracterização Física	Análise Granulométrica	Rejeito puro
	Ensaio de Compactação Proctor Normal	Rejeito puro
		Compósito rejeito-polímero
	Massa específica dos grãos	Rejeito puro
Cal		
Resistência Mecânica	Compressão simples	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + fibra
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + fibra
	Cisalhamento direto	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + fibra
	Medidas de sucção matricial	Rejeito puro
Compósito rejeito + polímero (S40%)		
Compósito rejeito + polímero (S60%)		
Caracterização mineralógica	Difração de Raios X	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
	Espectrometria de Fluorescência (XRF/EDX)	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S60%)

Tabela 3.3. Programa Experimental (continuação).

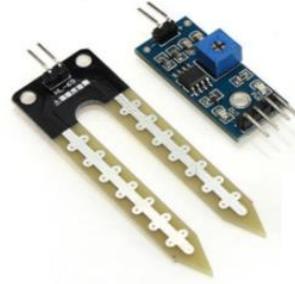
Caracterização Microestrutural	Microtomografia Computadorizada (microCT)	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + fibra
	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + fibra
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + fibra
	Microscopia Óptica	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + fibra
	Ultrassom	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S60%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
		Compósito rejeito + polímero (S60%) + cal
Compósito rejeito + polímero (S40%) + fibra		
Compósito rejeito + polímero (S60%) + fibra		
Caracterização Química	pHmetro	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S40%)
		Compósito rejeito + polímero (S40%) + cal
	Análise Termogravimétrica (TGA) e Térmica Diferencial (DTA)	Rejeito puro
		Compósito rejeito + polímero (S60%)

Para todos os ensaios no compósito, as amostras foram preparadas a partir da junção entre o rejeito e a solução polimérica. Como a pesquisa baseia-se em diferentes tempos de cura, os corpos de prova foram moldados previamente de acordo com o cronograma da pesquisa.

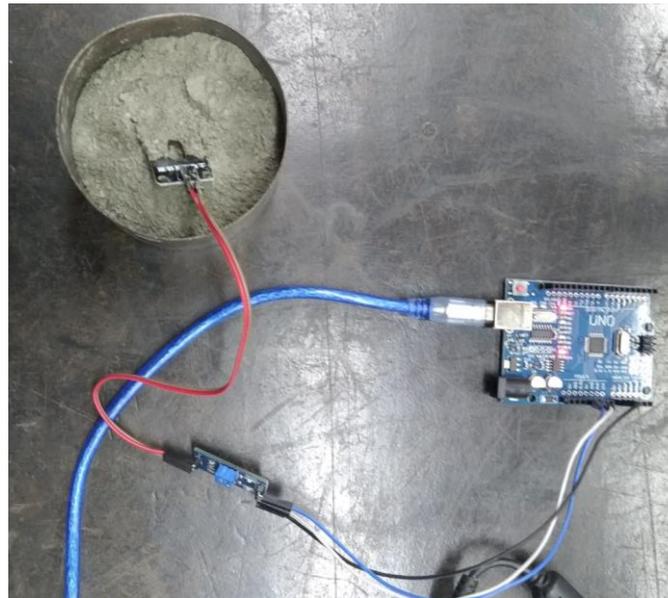
Para garantir a homogeneidade da mistura utilizou-se uma placa da plataforma de prototipagem Arduino UNO e um sensor de umidade ajustável via potenciômetro, conforme Fig 3.8. O objetivo das placas do portfólio Arduino é de serem acessíveis, ou seja, de baixo custo e com linguagem simples, de forma que possam ser usados por profissionais e amadores.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.8. Sistema para controle da homogeneidade da mistura (a) Arduíno UNO; (b) sensor de umidade; (c) calibração do sensor para meio seco.

O sensor de umidade do solo é composto por uma sonda e um módulo. A sonda que trabalha em contato com o rejeito e o módulo possui um chip comparador LM393 que lê dos dados do sensor e envia para o microcontrolador.

Existem duas opções para leitura da variável de umidade: a saída digital com o pino D0, que fica em nível 0 ou 1 de acordo com a umidade; ou com a saída analógica com o pino A0, que possibilita um monitoramento mais preciso, usando uma porta analógica do microcontrolador que varia de 0 a 1023.

Neste trabalho o objetivo não era de fato medir a umidade na amostra, mas sim obter os mesmos valores da variável resposta da porta analógica para garantir que toda a amostra foi atingida pela solução polimérica. Essa boa homogeneização foi confirmada pelos resultados de

microtomografia, apresentados no próximo capítulo. O código de programação utilizado é apresentado no APÊNDICE B, para três sensores.

Uma vez moldados, os corpos de prova foram armazenados no Laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília, na sala de ensaios especiais, com umidade variando entre 20-40% e temperatura entre 21-35°C. A cura das amostras foi feita sem os moldes e com exposição ao ambiente, uma vez que se observou que o processo de cura do polímero se dá pelo contato dele com o oxigênio (Silva, 2020; Carneiro, 2020).

É importante destacar que sempre após a preparação de uma solução ela foi toda utilizada para evitar possíveis reações químicas ou processos de cura prematuros nos locais de armazenamento.

Por fim, o peso específico seco utilizado nas amostras foi calculado a partir da massa total dos corpos de prova, ou seja, abrangendo os estabilizantes e/ou reforço, e essa soma foi então dividida pelo volume total da amostra.

### **3.2.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA**

Nessa seção são apresentados os ensaios de caracterização física realizados.

#### **3.2.1.1. Análise Granulométrica**

Como não existe uma norma específica para análise granulométrica de rejeitos, e partindo a hipótese deste trabalho, o ensaio foi realizado conforme a ABNT NBR 7181 (ABNT, 2016). O ensaio de análise granulométrica foi realizado no Laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília.

#### **3.2.1.2. Massa específica dos grãos ( $G_s$ )**

A determinação da massa específica dos grãos foi realizada pelo equipamento pentapicnômetro modelo PENTAPYC 5200e da “Quantachrome Instruments”, conforme estabelecido pela D5550 “Standard Test Method for Specific Gravity of Soil Solids by Gas Pycnometer” (ASTM, 2014).

### **3.2.1.3. Ensaio de compactação Proctor Normal**

O ensaio de compactação foi realizado seguindo os preceitos na ABNT NBR 7182 (ABNT, 2016), equivalente a ASTM D1557-12e1, utilizando a energia Proctor Normal. Os resultados do ensaio de compactação foram utilizados para moldagem dos corpos de prova dos ensaios de cisalhamento direto e compressão simples.

O ensaio de compactação foi realizado para o rejeito puro (apenas com adição de água) e para o compósito, onde foi feita a adição da solução polimérica. Previamente, preparou-se a solução nas dosagens desejadas, a qual foi adicionada em massa com relação ao solo seco.

Essa metodologia, além de ser prática comum em campo, foi utilizada para garantir a uniformização do umedecimento das partículas. Observou-se que a inserção de água para posterior adição do polímero levava a zonas de alta concentração polimérica, as quais não representariam um comportamento médio equivalente.

Durante a realização do ensaio de compactação, e conforme já relatado por Silva (2020) e Carneiro (2020), há uma perda de umidade de 1,5% com a adição da solução. Isto quer dizer que para se atingir a umidade ótima e a máxima massa específica seca, deve-se adicionar 1,5% a mais de solução em massa de solo seco.

## **3.2.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA**

Para avaliar a resistência mecânica do rejeito puro e do compósito foram conduzidos ensaios de resistência a compressão simples não confinada, resistência ao cisalhamento e medidas de sucção matricial.

### **3.2.2.1. Resistência à Compressão Simples (RCS)**

Para os testes de compressão simples não confinada, amostras cilíndricas de 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura foram moldadas, conforme Fig. 3.9. Seguiu-se os preceitos da norma ABNT NBR 12770 (ABNT, 1992), equivalente a ASTM D1633-17. Os ensaios foram realizados no laboratório DER (Departamento de Estradas e Rodagem) do Distrito Federal. Os corpos de prova não foram submersos devido à grande perda de material ocorrida neste processo.



Figura 3.9. Corpo de prova para ensaio de compressão simples.

Primeiramente foi feita a pesagem do rejeito e da quantidade de polímero a ser utilizada para atingir 1,5% a mais da umidade ótima para o caso do rejeito puro. Esse valor foi adotado após experiências de outros pesquisadores, como Silva (2020) e Carneiro (2020), e informações de campo de profissionais que trabalham com esse polímero.

As amostras foram compactadas estaticamente em três camadas dentro de um cilindro de aço (compactador miniatura), o qual estava lubrificado com parafina. Para cada camada observou-se atingir a massa específica proposta, e o topo delas foi escarificado para melhor aderência as demais. Ao final do processo, elas foram retiradas do molde imediatamente.

As amostras foram consideradas adequadas para os testes se atendessem aos seguintes critérios:

- Massa específica seca com variação de 1% do valor proposto;
- Umidade de moldagem com variação de 0,5% do valor proposto;
- Diâmetro de 50 mm com variação 0,5 mm;
- Altura de 100 mm com variação de 1 mm.

A velocidade do ensaio foi de 1,27 mm/min. Mesmo após a ruptura, conduziu-se os ensaios até aproximadamente 3 minutos para obtenção da curva completa, inclusive do comportamento pós-pico. A resistência a compressão simples ( $q_u$ ) foi então calculada de acordo com a expressão:

$$q_u = \frac{P}{(100 \cdot A_i) / (100 - \varepsilon)} \quad (3.1)$$

Em que:  $P$  é a carga aplicada;  $A_i$  é a área da seção transversal média;  $\varepsilon$  é a deformação axial específica correspondente ao carregamento.

Os ensaios foram realizados sem a submersão dos corpos de prova, já que havia perda de material durante esse processo.

### 3.2.2.2. Resistência ao Cisalhamento

O ensaio de cisalhamento direto foi conduzido conforme recomendações da ASTM D3080-04. O objetivo é determinar os parâmetros de resistência do solo (coesão e ângulo de atrito) a partir do estabelecimento da envoltória de resistência de Mohr-Coulomb em tensões efetivas.

O ensaio foi realizado no equipamento do Laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília. O equipamento possui um aquisitor de dados, medidores verticais e horizontais de deslocamento do tipo LVDTs (do inglês, *Linear Variable Differential Transformer*) e uma célula de carga para medição da força aplicada.

Os corpos de prova foram construídos utilizando um molde, que tem dimensões da caixa de cisalhamento pequena (60 x 60 x 25 mm), sobre o teor de umidade ótima e para os pontos definidos pelo ensaio de compactação, conforme Fig. 3.10. Eles foram obtidos por meio da compactação com energia normal no cilindro grande. Foram aplicadas as tensões normais de 50, 100, 200 kPa para obtenção da envoltória de resistência.

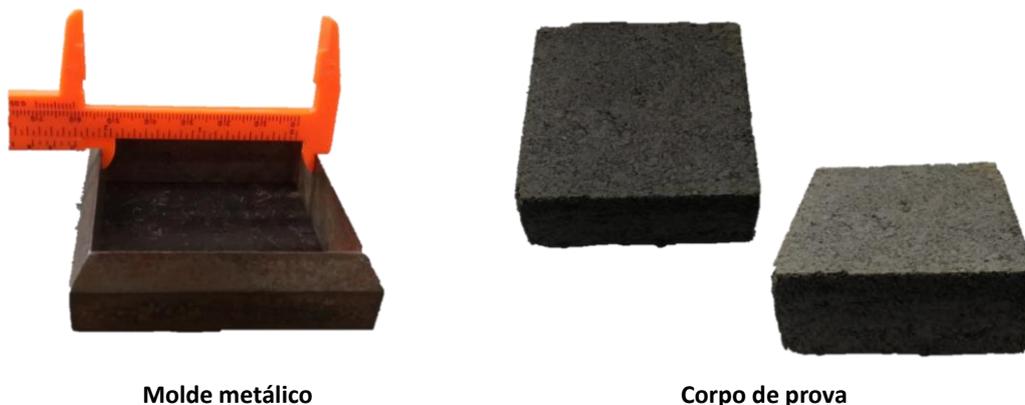


Figura 3.10. Corpos de prova de cisalhamento direto.

Ressalta-se que as amostras foram adensadas durante o tempo necessário para ocorrência de 100% de consolidação primária. A partir das curvas de adensamento, definiu-se a velocidade máxima de cisalhamento dos corpos de prova. O cálculo foi feito de acordo com a norma supracitada. A partir de então, adotou-se a velocidade de cisalhamento de 0,5 mm/min.

### 3.2.2.3. Sucção Matricial

Ensaio para medição da sucção foram realizados no rejeito puro e nos compósitos com o objetivo de avaliar a contribuição da sucção no ganho de resistência com o avanço da cura. Para isso, utilizou-se o equipamento psicrômetro (WP4C), do Laboratório de Geotecnia da Universidade de Brasília, conforme Figura 3.11.

Foram elaboradas amostras cilíndricas de dimensões de 1 cm de altura e com 2 cm de diâmetro para: rejeito puro; compósito rejeito-polímero com solução de S40%; compósito rejeito-polímero com solução de 60%. Todos foram moldados com peso específico de 1.8 g/cm<sup>3</sup>.



Figura 3.11. Equipamento WP4C.

Silva (2020) e Carneiro (2020) realizaram este ensaio para compósitos de polímero com areia e com minério de ferro. As pesquisadoras não observaram diferenças nos valores de sucção para as amostras puras e para os compósitos.

#### 3.2.2.4. Módulo a Pequenas Deformações ( $M_0$ )

Pela Mecânica das Rochas sabe-se que a velocidade de propagação das ondas é um indicativo do grau de fissuramento da rocha. O valor obtido depende também das propriedades elásticas ( $E$ ,  $\nu$ ) e da densidade do material.

Neste sentido, para avaliar a uniformidade entre os corpos de prova ensaiados foi feita a determinação da velocidade de propagação de ondas ultrassônicas longitudinais em todas as amostras. Este ensaio foi realizado com o equipamento Ultrasonic tester E46 – Controls, com tensão de emissão de 2,5 kV, conforme Fig. 3.12.



Figura 3.12. Equipamento de ultrassom.

O funcionamento do equipamento baseia-se no uso de um emissor de ondas longitudinais e um receptor adaptados as extremidades do corpo de prova, conforme Fig. 3.13. Entre o transmissor/receptor e o corpo de prova utilizou-se um gel condutor. O tempo gasto para o percurso da onda é determinado pela diferença da fase em um osciloscópio.

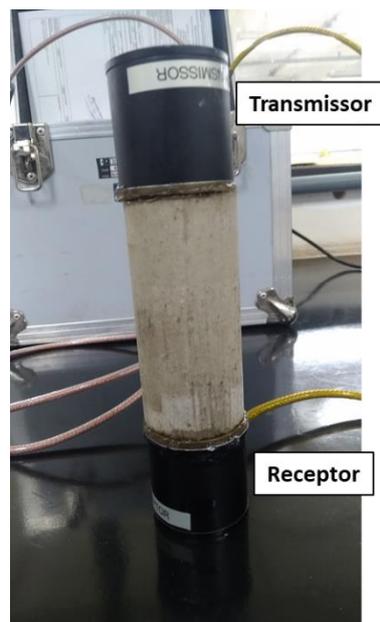


Figura 3.13. Medição de velocidade sônica em corpo de prova de compressão simples.

A velocidade de propagação longitudinal ( $V_e$ ) foi então calculada conforme Eq. 3.2, onde  $t$  é o tempo de percurso da onda (medido) e  $L$  é o comprimento do corpo de prova.

$$V_e = \frac{L}{t} \quad (3.2)$$

A partir do  $V_e$  foi então feita uma estimativa do módulo a pequenas deformações, chamado de  $M_0$ , calculado conforme Eq. 3.3.

$$M_0 = \rho \cdot V_e^2 \quad (3.3)$$

Como exemplo, obteve-se uma medição de tempo de propagação de 43,7 microsegundos para um corpo de prova de cisalhamento direto, de altura de 25 mm. Fazendo as transformações de unidade, e dividindo a altura pelo tempo obtém-se a velocidade de 572,08 m/s. Este valor, elevado ao quadrado, e multiplicado pela massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> leva a um módulo de 0,59 GPa.

### 3.2.3. CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA

Com o objetivo de melhor entender o comportamento do rejeito puro e dos compósitos, ensaios de caracterização mineralógica estão planejados, sendo eles: Difração de Raios-X (DRX); e Espectrometria de Florescência de Raios X (XRF/EDX).

#### 3.2.3.1. Difração de Raios-X (DRX)

O ensaio de Difração de Raios-X (DRX) foi feito no Laboratório de Difractometria de Raios X no Instituto de Geociências da Universidade de Brasília (IG- UnB). O equipamento utilizado foi o *X-Ray Diffractometer Ultima IV* da Rigaku.

XRD é um dos principais métodos para a caracterização microestrutural de materiais cristalinos. Para utilizar esta técnica, as amostras de rejeito puro e dos compósitos passantes na #200 foram secas na estufa a 105°C. A análise foi realizada num difractômetro Rigaku, sob uma tensão de 35 kV e 15 mA. As experiências foram realizadas considerando uma amplitude angular de  $2\theta$ , intervalo de medição entre 2-100°, e velocidade de 0,05°/min. A identificação mineralógica foi realizada com as normas de referência da base de dados de software JADE 9.0.

Silva (2020) e Carneiro (2020) não observaram alterações na composição mineralógica em função da adição do polímero em amostras de compósitos polimérico com areia e com rejeito de minério de ferro.

### **3.2.3.2. Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (XRF/EDX)**

A técnica de fluorescência de raios X é capaz de realizar rapidamente uma avaliação qualitativa-quantitativa das espécies químicas presentes na amostra, cuja vantagem é o baixo custo operacional e a fácil preparação das amostras. EDX/XRF é uma técnica analítica baseada na medição das intensidades características dos raios X emitidos pelos elementos que constituem a amostra. A detecção dos raios X emitidos é realizada por um detector de silício que gera um espectro de intensidade em função da energia.

O teste foi realizado num espectrômetro EDX 720HS modelo Shimadzu, que analisa a gama de elementos desde o sódio (11Na) ao urânio (92U), com tubos de raios X com ânodo de ródio (Rh). As amostras passantes na peneira #200 foram secas em estufa a 105°C durante 24 horas antes da análise.

### **3.2.4. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL**

Para caracterização microestrutural foram realizados os ensaios de microtomografia computadorizada (microCT), microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

#### **3.2.4.1. Microtomografia computadorizada (microCT)**

O ensaio de microtomografia computadorizada foi realizado no Laboratório de Propriedades Físicas das Rochas (LPFR) do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília. O equipamento utilizado foi o Microtomógrafo SkyScan 1172 da Bruker, conforme Fig. 3.14.

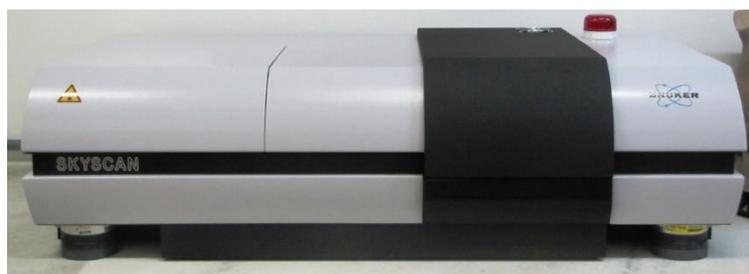


Figura 3.14. Microtomógrafo SkyScan 1172 – LPFR/UnB.

A amostra preparada para o ensaio tinha dimensões aproximadas de 3 cm x 3 cm. Para descontar os efeitos de borda, a aquisição dos dados foi feita em um volume de interesse (VOI) de 1,497 cm x 1,495 cm conforme Fig. 3.15.

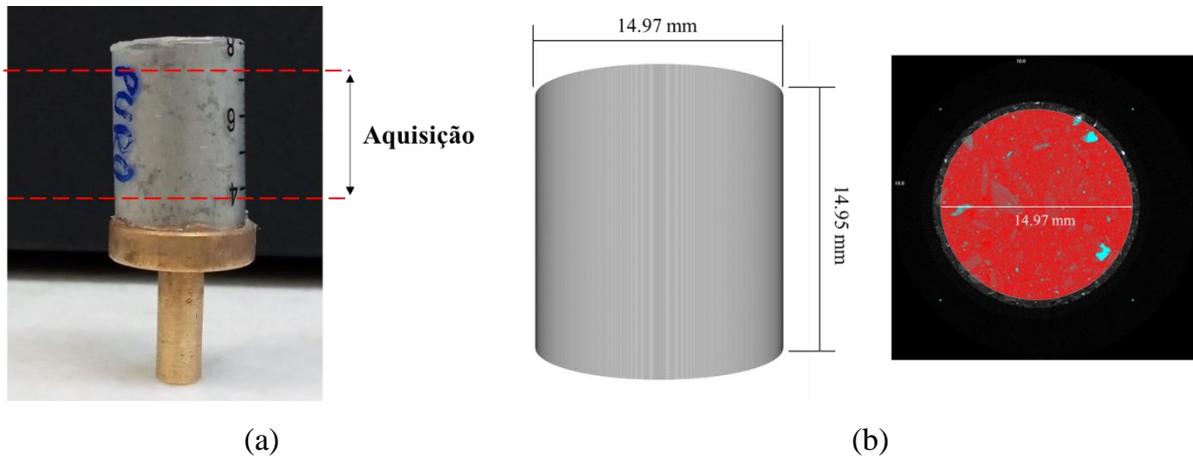


Figura 3.15. Corpo de prova para ensaio de microtomografia. (a) amostra na base do equipamento; (b) volume de interesse.

### 3.2.4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O ensaio de microscopia eletrônica de varredura foi realizado para caracterizar o rejeito puro e os compósitos para todas as dosagens estudadas, no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica de Varredura (LAMEV) da Engenharia Química na Universidade Federal de Uberlândia (UFU).

O MEV utiliza um feixe de elétrons de alta energia para gerar sinais na superfície de amostras sólidas. A amostra é analisada ponto a ponto, por linhas sucessivas. Os sinais gerados são recolhidos por detectores e revelam informações de interesse tais como a morfologia externa e a composição química da amostra. Os dados são recolhidos de uma área selecionada e é formada uma imagem bidimensional.

Os testes foram realizados por um modelo SEM Zeiss EVO MA10, mostrado na Figura 3.16, que opera em alto vácuo ou em modo VP. Está equipado com detectores de elétrons secundários (SE) e de elétrons espalhados (BSD) e um detector de espectroscopia de raios X dispersiva de energia (EDS) Oxford modelo 51-ADD0048.



Figura 3.16. Microscopia Eletrônica de Varredura –LAMEV-UFU.

Foram preparadas amostras quadradas de 1 cm x 1 cm com dois pesos específicos diferentes (1,7 e 1,8 g/cm<sup>3</sup>). As amostras foram cobertas com impregnação de ouro a fim de se tornarem condutivas e permitirem a análise. Para tal, foi utilizado o equipamento Leica EM SCD050, conforme Fig. 3.17.



Figura 3.17. Metalização das amostras para MEV.

### 3.2.4.3. Microscopia Óptica (MO)

O microscópio óptico é um instrumento que utiliza a refração da luz proveniente de uma série de lentes para ampliar imagens de objetos. Nesta pesquisa, foram obtidas imagens nas mesmas amostras utilizadas para MEV, para uma comparação de escalas de análise. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico modelo SLQ-M-003, para uma ampliação de 10 vezes, conforme Fig. 3.18. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Geotecnia na Universidade de Brasília.



Figura 3.18. Microscópio eletrônico.

## 3.2.5. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Como caracterização química foi feita o método do pHmetro e as análises térmicas TGA e DTA.

### 3.2.5.1. Método do pHmetro

O ensaio de pHmetro foi realizado conforme Norma DNIT 419/2019 – Pavimentação – Solo-Cal – Estimativa do teor mínimo de cal para estabilização química do solo – Método de Ensaio. O objetivo foi determinar o teor de cal que deve ser inserido no compósito para sua estabilização. O ensaio foi realizado no Departamento de Estradas e Rodagem do Distrito Federal (DER-DF), em Brasília.

O equipamento medidor de pH e as soluções tampão utilizadas são apresentadas na Fig. 3.19. As amostras foram separadas em recipientes conforme a Tab. 3.4.



(a)



(b)

Figura 3.19. Ensaio de determinação do teor de cal. (a) pHmetro; (b) soluções tampão.

Tabela 3.4. Amostras para ensaio em pHmetro.

Número	Descrição
1	Rejeito Puro
2	Rejeito + Solução 40%
3	Rejeito + Solução 40% + 1% Cal
4	Rejeito + Solução 40% + 2% Cal
5	Rejeito + Solução 40% + 4% Cal
6	Rejeito + Solução 40% + 6% Cal
7	Rejeito + Solução 40% + 8% Cal
8	Rejeito + Solução 40% + 10% Cal
9	Cal pura
10	Rejeito + Cal (1%)

### 3.2.5.2. Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

A análise termogravimétrica (TGA) é um tipo de análise térmica que avalia a mudança de massa de um material em função da temperatura que ela está submetida. Já a análise térmica diferencial (DTA) avalia a diferença entre a temperatura da amostra e de um material de referência termicamente inerte.

A análise foi obtida a partir do modelo Shimadzu DTG-60H, do Instituto de Química (IQ) da Universidade de Brasília. Os ensaios foram conduzidos a uma taxa de aquecimento de 10°C/min e fluxo de gás de 30 ml/min, a partir a temperatura ambiente até 800°C, em um recipiente de platina.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados alcançados pela tese. Conforme Capítulo 3, as análises estão divididas em: caracterização física, resistência mecânica, caracterização mineralógica, caracterização microestrutural e caracterização química.

### 4.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

Neste item são apresentados os resultados dos ensaios de granulometria, massa específica dos grãos e do ensaio de compactação.

#### 4.1.1. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

O coeficiente de uniformidade e de curvatura indicam que o rejeito tem distribuição muito uniforme e é mal graduado. Segundo a classificação granulométrica NBR 7181 (ABNT, 2016), as partículas têm tamanho de silte, conforme pode ser visto na Fig. 4.1. Na Tab. 4.1 é apresentada uma comparação entre a granulometria de outros rejeitos de minério de ouro encontrados na literatura.

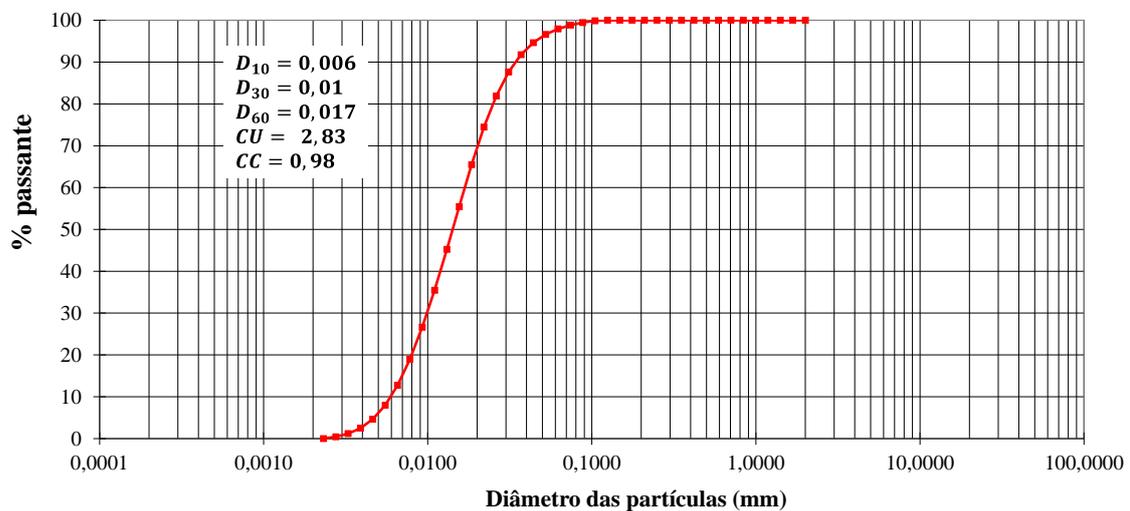


Figura 4.1. Curva granulométrica do rejeito puro.

Tabela 4.1. Comparação granulométrica entre diferentes tipos de rejeito de minério de ouro.

Referência	D <sub>50</sub> (mm)	C <sub>u</sub>	C <sub>c</sub>	G <sub>s</sub>
Nesta pesquisa	0,015	2,83	0,98	2,81
Santos (2018)	0,015	3,50	0,88	3,22
Sotomayor (2018)	0,012	5,17	0,97	3,77
Li <i>et al.</i> (2018)	0,011	7,3	1,4	2,89
Bedin <i>et al.</i> (2012)	0,065	7,0	2,3	2,89-3,20
Chang <i>et. al</i> (2011) – Gold-UB	0,095	24,1	2,2	2,72
Chang <i>et. al</i> (2011) – Gold-MB	0,053	10,5	0,8	2,69
Chang <i>et. al</i> (2011) – Gold-PO	0,006	2,6	1,6	2,75
Amorim (2007)	0,17	10	2,5	2,7

Apesar da granulometria indicar um material coesivo, do ponto de vista da Mecânica dos Solos, apenas com uma análise tátil visual já se constata o comportamento não coesivo do material. Essa é uma importante constatação especialmente no sentido de aplicar as classificações de solos para os rejeitos. Do ponto de vista granulométrico é aceitável para estabelecer um paralelo ao tamanho das partículas, porém é preciso cautela ao extrapolar as questões relacionadas ao comportamento que podem ser induzidas pela classificação granulométrica.

Como lição aprendida, constatou-se que a melhor forma de determinar a distribuição granulométrica da parte fina rejeito de minério de ouro é por meio de ensaios de granulometria a laser. Isto porque no ensaio de sedimentação perde-se material durante a etapa de lavagem devido a frações pulverulentas existentes na amostra.

As menores frações encontradas no rejeito são oriundas das etapas do beneficiamento que buscam reduzir a granulometria do material para aumentar a concentração do minério obtido. Entende-se que essas partículas mais finas estariam relacionadas aos minérios, e por isso foram reduzidas, para que na etapa de flotação fosse possível fazer a separação entre o material com valor comercial e o resíduo.

#### 4.1.2. MASSA ESPECÍFICA DOS GRÃOS ( $\rho_s$ )

A massa específica dos grãos do rejeito de minério de ouro é de 2,81 g/cm<sup>3</sup>. Na Tab. 4.2 é feita uma comparação com outras amostras de rejeito de minério de ouro. Determinou-se também a massa específica dos grãos para a cal hidratada que foi utilizada em um dos compósitos e obteve-se 2,30 g/cm<sup>3</sup>.

Tabela 4.2. Massa específica dos grãos ( $\rho_s$ ) (modificado – Sotomayor, 2018).

Referência	$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> )
Nesta pesquisa	2,81
Garga (1984)	2,75
Barbosa e Santos (2003)	2,90
Bedin (2010)	3,00
Gonsales (2012)	2,90
Chang <i>et al.</i> (2011)	2,70
Bedin <i>et al.</i> (2012)	2,89
CMH (2014)	3,25
McPhail (2015)	3,50
Sotomayor <i>et al.</i> (2021)	3,77
Li <i>et al.</i> (2018)	2,89

Essa massa específica encontrada é, na verdade, uma média dos valores das partículas existentes no rejeito. Conforme será demonstrado nos ensaios microestruturais, o rejeito possui uma matriz fina e outra de maior proporção, que foi chamada de clastos. Essa mal graduação será importante nas análises de influência do polímero, pois ela é responsável por maior parte das interações com o estabilizante.

#### 4.1.3. ENSAIO DE COMPACTAÇÃO - PROCTOR NORMAL

A partir dos resultados do ensaio de compactação, o programa experimental de ensaios de resistência mecânica foi definido pelos pares ordenados de umidade e massa específica. O ensaio de compactação foi conduzido para o rejeito puro (RO) e para os compósitos com solução polimérica de 40% (RP\_40) e 60% (RP\_60), conforme Fig. 4.2.

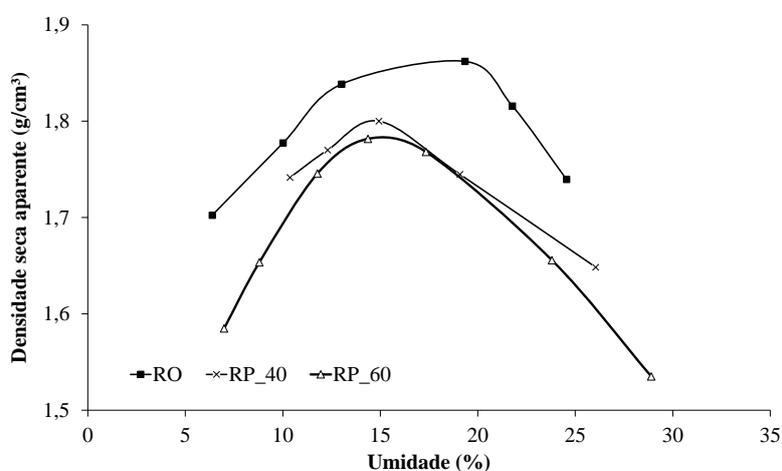


Figura 4.2. Curvas de compactação e programa de ensaios de compressão simples.

Analisando a curva apresentada e comparando o comportamento do rejeito puro com o do compósito, observa-se que a curva deste último tem formato levemente mais fechado. Além disso, nota-se queda de aproximadamente 5% no teor de umidade ótima. Carneiro (2020) e Silva (2020) também observaram uma queda no ponto ótimo para os compósitos formados pela mesma solução polimérica com matriz arenosa, porém foi de 2%.

Para análise mais detalhada das curvas foi utilizado como base a teoria da compactação proposta por Lambe (1986), com algumas considerações específicas para este material. É importante destacar que a teoria apresentada pelo autor é principalmente válida para os solos de climas temperados ou tropicais pouco intemperizados, como é o caso do rejeito, que não passou pelo processo de intemperismo na formação dos solos.

Conforme abordado pelo autor, durante a compactação existe uma interação físico-química entre as partículas que leva a este conhecido comportamento parabólico das curvas de compactação dos solos.

No ramo seco diz-se que a quantidade de água adicionada no solo é insuficiente para desenvolver a camada dupla completamente. Isso faz com que haja uma concentração eletrolítica elevada e as forças de repulsão não são desenvolvidas completamente. Com isso, predominam-se as forças de atração e então uma estrutura floclada, com um arranjo desordenado das partículas e um peso específico seco mais baixo.

A partir dessa constatação, fazendo um comparativo entre os ramos secos dos compósitos (RP\_40 e RP\_60) e do rejeito puro, observa-se que o peso específico decresce com uma maior porcentagem de polímero. Ou seja, a inserção do polímero leva a uma estrutura mais floclada.

Porém, no ponto correspondente à umidade ótima, a quantidade de água inserida é suficiente para reduzir a concentração eletrolítica e gerar um aumento das forças de repulsão. Dessa maneira, há uma estrutura mais orientada para os compósitos com solução de 40% e 60% de polímero, porém ainda mais floclada do que no rejeito puro e por isso com menor peso específico.

Sabe-se que quando é analisada a quantidade de água inserida nas soluções, a RP\_60 possui uma menor quantidade, já que há 60% de polímero e 40% de água. Contudo, essa quantidade de água foi suficiente para reduzir a concentração eletrolítica e gerar a mesma orientação que a solução RP\_40 no ponto correspondente à umidade ótima.

Essa abstração leva a duas importantes constatações: (i) para esses compósitos a quantidade recomendada de água, para se obter uma estrutura mais orientada, deve ser de 40% da umidade ótima, ou seja, um teor de água de 6%; (ii) parte das interações físico-químicas são decorrentes da interação polímero-partículas, já que para um mesmo teor de umidade há apenas uma diferença menor que  $0,1 \text{ g/cm}^3$  no peso específico seco entre os compósitos e o rejeito puro.

No ramo úmido a camada dupla ainda se desenvolve e as forças de repulsão aumentam. Contudo, apesar da estrutura orientada do solo, a elevada quantidade de fluidos faz com que as partículas se separem e por isso há uma queda do peso específico.

Do ponto de vista experimental, os pontos no ramo úmido para os compósitos apresentavam comportamento viscoso, semelhante à textura de um material betuminoso. Acima de 20% de umidade a compactação já não era efetiva.

A partir da curva apresentada, os pares massa específica aparente e o teor de umidade ótimo fixo de 15% foi definido para todos os pontos do programa de ensaios planejado, conforme Tab. 4.3. É importante destacar que a massa específica aparente utilizada está relacionada a todo o volume do corpo de prova. Isto quer dizer que está se considerando a massa do rejeito mais a do estabilizante, e todo o volume ocupado por eles.

Tabela 4.3. Pontos de moldagem.

Ponto	$\rho_d$	w (%)
A1	$1,7 \text{ g/cm}^3$	15%
A2	$1,8 \text{ g/cm}^3$	15%

A definição dos pontos foi feita na busca de melhores resultados de resistência e baseada na experiência de campo. Pontos no ramo seco, no ramo úmido e outros com massa específica de  $1,6 \text{ g/cm}^3$  foram testados, mas não atingiram resistência significativa.

A manutenção do peso específico nas amostras apenas alterando o teor de polímero não foi problemática, pois a água e o polímero possuem aproximadamente a mesma densidade. Porém, nos compósitos com adição de fibra ou cal foi preciso recalcular as porções, já que essas inserções requerem a retirada de partículas do rejeito, na ordem de 0,5% e 1% em massa, respectivamente. Para o cálculo da porosidade das amostras também foi preciso considerar a formação dos compósitos, como será visto mais adiante.

## 4.2. RESISTÊNCIA MECÂNICA

Na resistência mecânica foram avaliadas a resposta dos compósitos à solicitação de compressão uniaxial não confinada, ao cisalhamento, o módulo cisalhante para pequenas deformações e com relação à evolução da sucção pelo avanço do tempo de cura.

### 4.2.1. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO SIMPLES (RCS)

O programa de ensaios de compressão não confinada, (compressão simples) objetiva avaliar a influência das variáveis: massa específica, teor de polímero, porosidade, uso de fibras e cal na resistência do compósito. Devido à dispersão característica dos ensaios de compressão simples, para cada ponto proposto foram moldados corpos de prova em triplicata.

Primeiramente, para definir quais teores de solução polimérica seriam investigados, foi executada uma bateria de ensaios em corpos de prova com soluções de 10% (RP\_10), 20% (RP\_20), 30% (RP\_30), 40% (RP\_40) e 50% (RP\_50) de polímero conforme Fig. 4.3. Os resultados em comparação com o rejeito puro (RO) são apresentados na Fig.4.4.

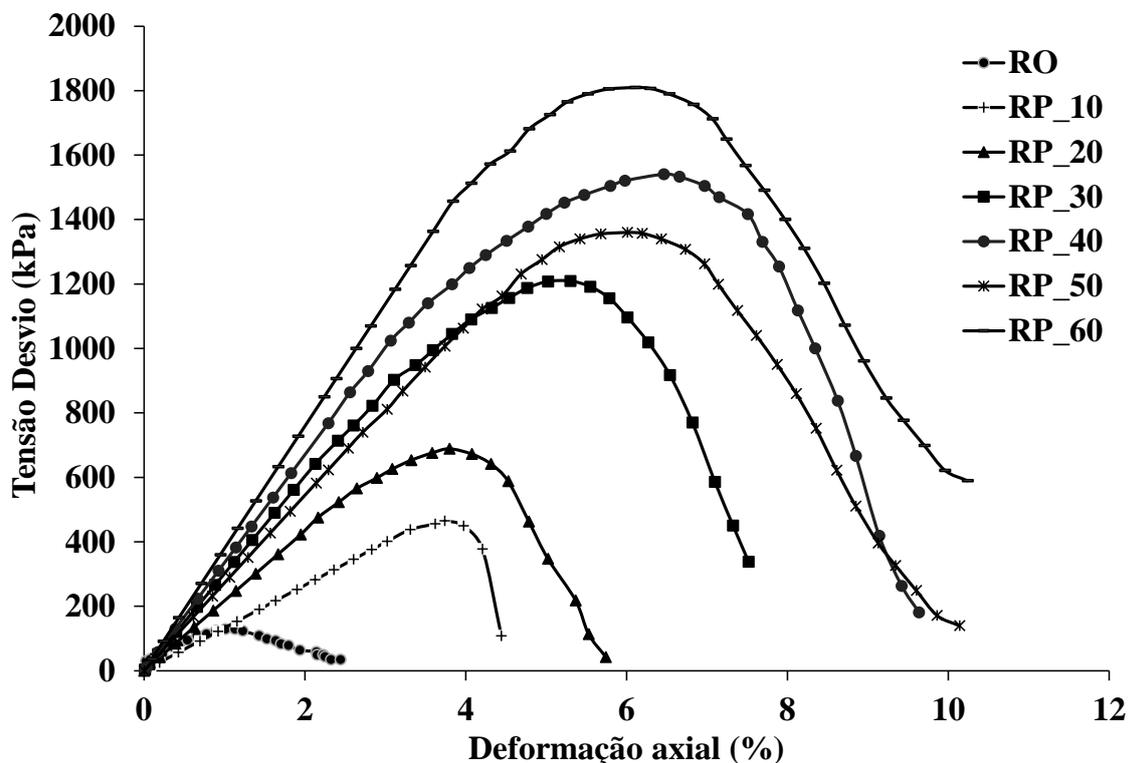


Figura 4.3. Curva compressão simples para diferentes teores de solução polimérica para 14 dias de cura.

Para todos os teores as curvas possuem um comportamento similar, onde nota-se um pico bem definido com rápida perda de resistência na região pós-pico, indicando um comportamento frágil. Observa-se ainda que com o incremento no teor polimérico há um aumento na resistência à compressão simples (RCS), exceto para o teor de 50% (RP\_50), conforme apresentado na Fig. 4.4.

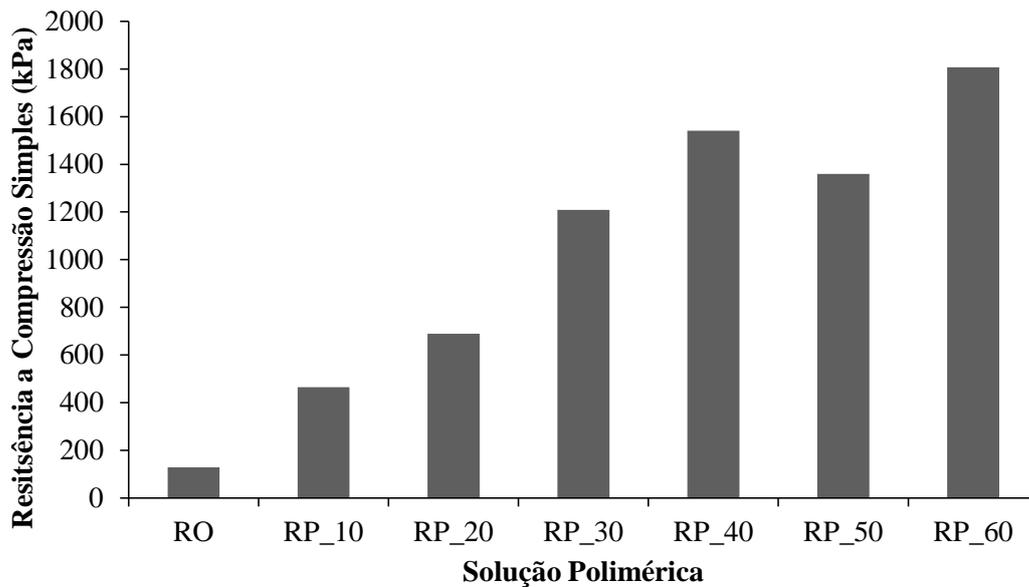


Figura 4.4. RCS para diferentes teores de solução polimérica.

Nota-se ainda que a total perda de resistência acontece para todas as amostras após aproximadamente 2% de deformação pós-pico. Esse gradiente é interessante especialmente para avaliar possíveis modelos de constitutivos de dano que possam ser aplicados para este material.

Na Fig.4.5 são apresentados os corpos de prova após o ensaio de compressão simples. Observa-se que a geometria de ruptura dos corpos de prova do rejeito puro e com solução representam rupturas frágeis, como mostram as curvas tensão-deformação dos ensaios. A partir destes primeiros resultados de compressão simples, optou-se por investigar as soluções poliméricas compostas por 40% e 60% de polímero.



Figura 4.5. Corpos de prova após ensaio de compressão simples. (a) RO; (b) RP\_10; (c) RP\_20; (d) RP\_30; (e) RP\_40; (f) RP\_50; (g) RP\_60.

#### 4.2.1.1. Compósitos Rejeito-Polímero (RP)

Os ensaios de compressão simples foram conduzidos para os compósitos rejeito-polímero com soluções poliméricas de teores de 40% e 60%. Para ambos os casos, as amostras foram ensaiadas com massa específica de  $1,8 \text{ g/cm}^3$  e  $1,7 \text{ g/cm}^3$ , conforme estabelecido pela curva de compactação.

Na Fig. 4.6 são apresentados os resultados para os compósitos formados pela solução RP\_40, ou seja, 40% de polímero e 60% de água. Ela foi adicionada em massa conforme a umidade ótima de 15%, portanto, o teor de polímero no compósito é de 6%. Na legenda dos gráficos utilizou-se a convenção de XX\_YY\_WW\_ZD, para a qual o primeiro termo se refere ao rejeito

puro (RO) ou compósito (RP); o segundo a massa específica (1,7 g/cm<sup>3</sup> ou 1,8 g/cm<sup>3</sup>); o terceiro, se houver, ao teor da solução (40%) e o último ao tempo de cura (7 ou 28 dias).

Pelos resultados é possível constatar a eficiência da estabilização na melhoria das propriedades do rejeito puro, onde obteve-se um valor de pico aproximadamente quatro vezes maior para compósito RP\_1,8\_40\_28D comparado ao RO\_1,8\_28D.

Observa-se que o comportamento frágil do rejeito se mantém para todos os tempos de cura e massas específicas. Contudo, devido ao ganho de rigidez inicial com o endurecimento do polímero, a deformação axial associada a tensão de pico é menor para os compósitos com maior tempo de cura. As amostras com 28 dias se rompem com uma deformação axial entre 2 e 3%, enquanto que as com 7 dias atingem entre 3% e 4% no pico.

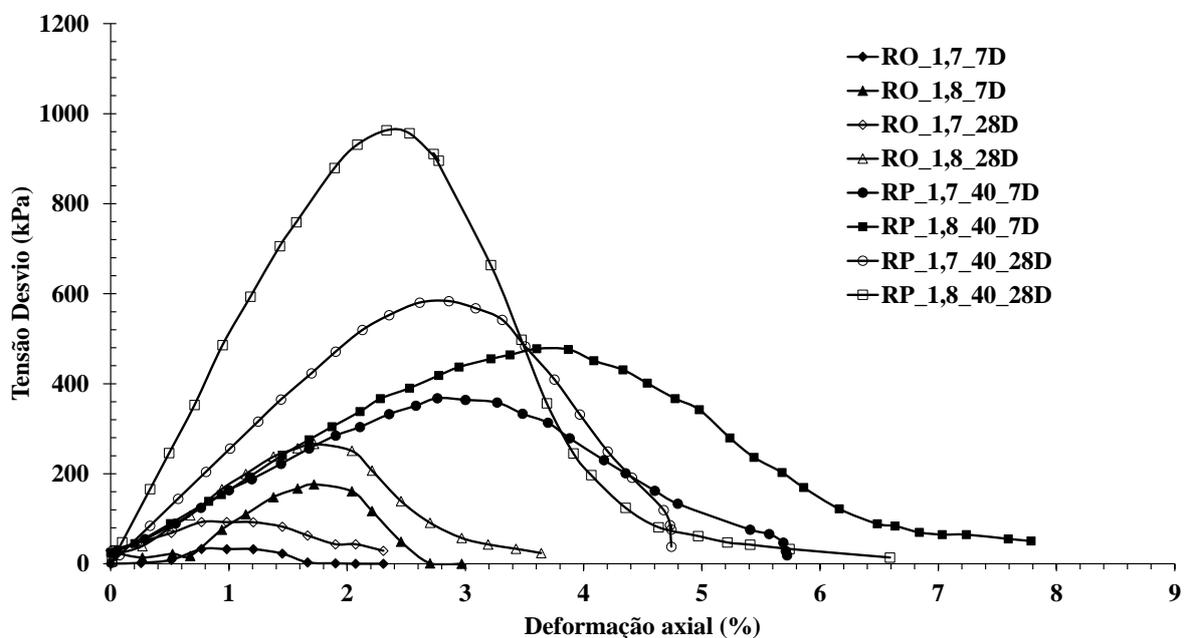


Figura 4.6. Resistência à compressão simples para a solução de 40%.

Na Fig. 4.7 são apresentados os resultados para a solução polimérica RP\_60. Neste caso, adicionou-se uma solução composta por 60% de polímero e 40% de água, com relação também a umidade ótima de 15%. Isso faz com que se tenha 9% de polímero no compósito.

Apesar do comportamento do compósito continuar do tipo frágil, observa-se que a RCS e a deformação associada à tensão de pico aumentaram. Para as amostras com 28 dias, tem-se as deformações de pico de aproximadamente 3% e 4,5%, já para as amostras de 7 dias, tem-se

entre 4 e 5,5%. Isso leva a um aumento de 1 a 1,5% comparado aos resultados encontrados para a solução de 40%.

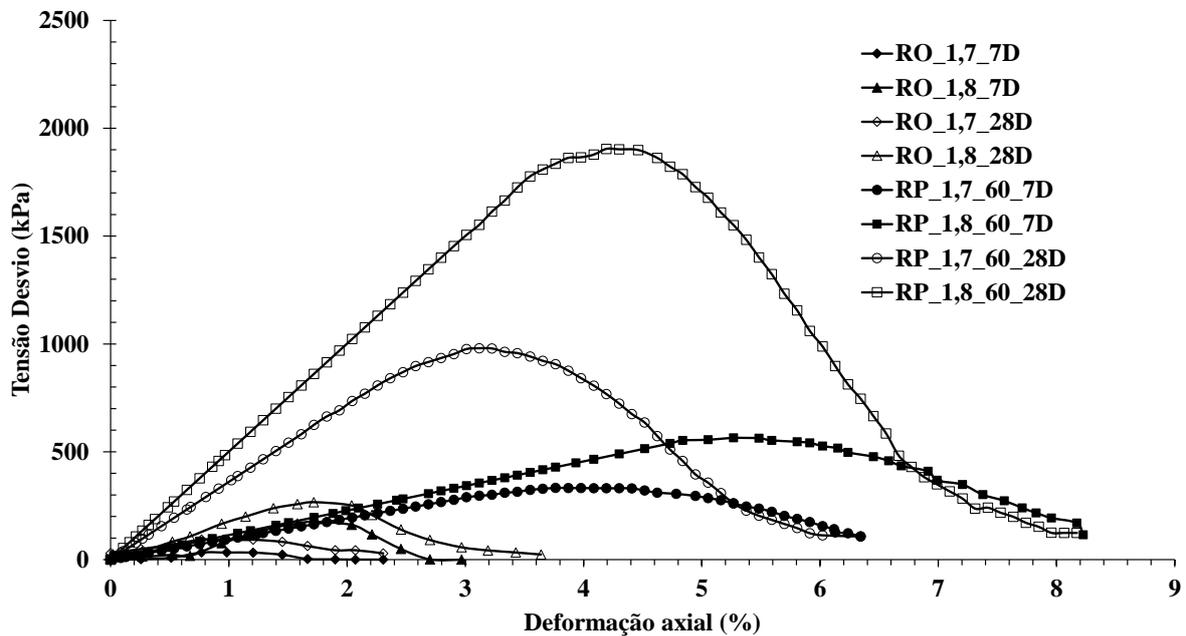


Figura 4.7. Resistência à compressão simples para a solução de 60%.

Para avaliar a influência dos fatores na variável resposta foi feito uma análise estatística no software RStudio, baseada na experimentação fatorial  $2^k$ , que neste trabalho é  $2^3$ . O objetivo é gerar um modelo de regressão a partir do qual os efeitos de cada um dos fatores possam ser contabilizados, e assim, permitir previsões no espaço experimental. Os tratamentos estatísticos são apresentados na Tab. 4.4, para os quais inseriu-se no modelo o valor das réplicas realizadas. Os códigos utilizados no software são apresentados no APÊNDICE A.

Tabela 4.4. Tratamento estatístico para os ensaios de compressão simples.

Tratamento	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Teor polimérico (%)	Tempo de cura (dias)	Média da RCS (kPa)
1	1,7	6	7	379,25
2	1,7	6	28	532,20
3	1,7	9	7	469,44
4	1,7	9	28	959,78
5	1,8	6	7	313,41
6	1,8	6	28	1002,52
7	1,8	9	7	541,54
8	1,8	9	28	1878,77

Primeiramente foi testado um modelo com interações de segunda ordem, a partir do qual conduziu-se uma análise de ANOVA. Em seguida, foi feita a avaliação com o modelo completo, ou seja, considerando os efeitos de terceira ordem. Os resultados para o último caso são apresentados na Tabela 4.5, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.5. Tabela ANOVA para o compósito RP com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	2672603	2672603	2140,2	$2 \cdot 10^{-16}$
B	1	986752	986752	790,2	$4,77 \cdot 10^{-15}$
C	1	730345	730345	584,8	$5,03 \cdot 10^{-14}$
AB	1	364209	364209	291,7	$1,08 \cdot 10^{-11}$
AC	1	717307	717307	574,4	$5,78 \cdot 10^{-14}$
BC	1	129040	129040	103,3	$2,19 \cdot 10^{-8}$
ABC	1	36208	36208	29,0	$6,08 \cdot 10^{-5}$
Residual	16	19980	1249		

A análise ANOVA demonstrou que os fatores controláveis (massa específica, tempo de cura e teor de polímero) são significativos para determinação da RCS, a um nível de significância de 0,001.

Obteve-se ótimos valores de  $R^2$  pelo Teste t de Student, sendo de 0,9866 para o modelo de segunda ordem e de 0,9949 para o de terceira ordem. Essa melhoria no  $R^2$  fez com que o modelo completo fosse escolhido para as análises seguintes. Além disso, o modelo de terceira ordem possui um menor valor da soma dos quadrados dos resíduos, indicando que é um melhor modelo da variabilidade dos dados. Uma comparação entre os modelos é apresentada na Tab. 4.6.

Tabela 4.6. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.

Modelo	GL	Soma dos Quadrados dos Resíduos (SSR)	$R^2$
Segunda ordem	17	56189	0,9866
Terceira ordem	16	19980	0,9949

Para testar a normalidade foi utilizado o teste de Shapiro-Wilk e para o teste de homoscedasticidade aplicou-se o teste de Breush-Pagan. Os dados atenderam ambas as pressuposições.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto da Fig. 4.8 é apresentado. Constatou-se que o teor de cura é o fator mais significativo, seguido da massa específica e do teor de solução. A interação que mais afeta a variável resposta é o tempo de cura – teor de solução, seguido do tempo de cura- massa específica, massa específica – teor de solução, e por fim a interação de terceira ordem.

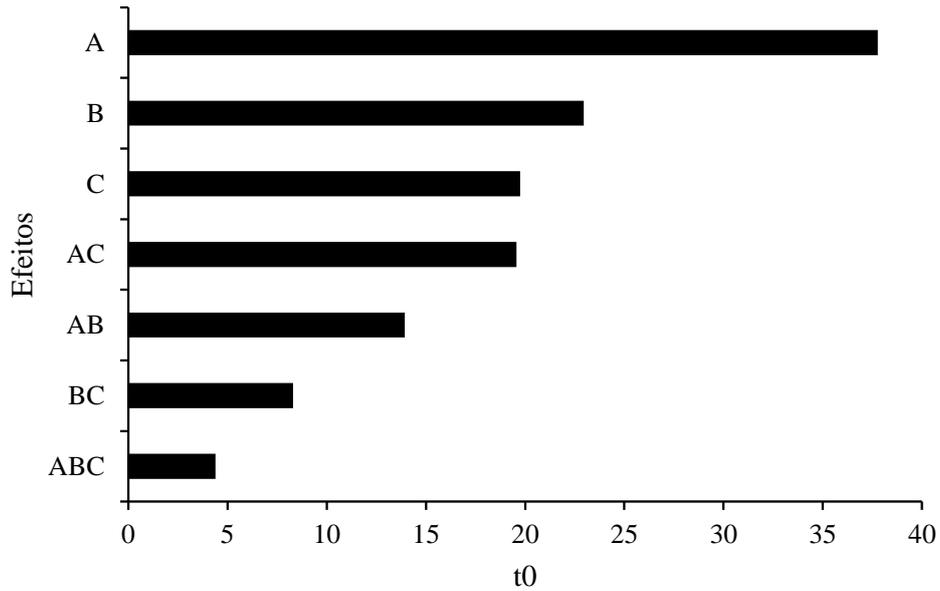


Figura 4.8. Gráfico de Pareto das interações.

Como todos os fatores são significativos é interessante avaliar todas as interações de forma gráfica (não codificada). Na Fig. 4.9 é demonstrada a interação entre a massa específica e o teor de polímero para os dois períodos de cura. Por estes gráficos constata-se que o período de cura tem mais influência para as amostras de maior massa específica. Isso demonstra que a estrutura do compósito é importante para a eficiência do polímero, e, portanto, para o incremento nos valores de resistência.

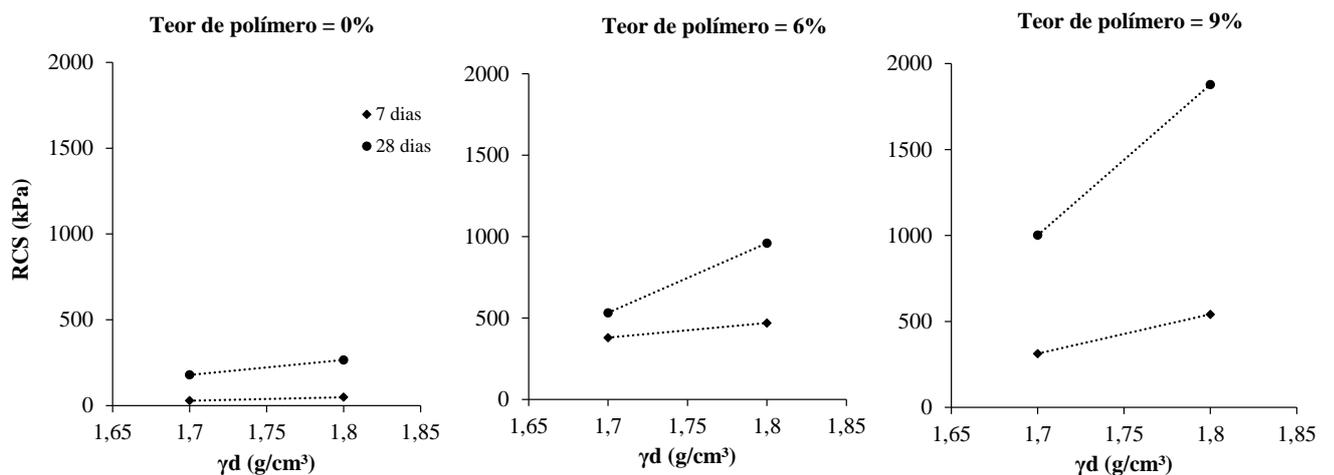


Figura 4.9. Interação teor de polímero com a massa específica.

Como nos sete primeiros dias o estabilizante ainda não é capaz de absorver as tensões totalmente, há pouco ganho de resistência quando é feita a comparação entre as massas específicas. Contudo, há um incremento mais significativo na RCS quando o polímero está totalmente curado, ou seja, aos 28 dias.

Neste sentido, uma avaliação da interação da massa específica com o tempo de cura também foi feita e é apresentada na Fig. 4.10. Conforme constatado anteriormente, aos sete dias nem a estrutura nem o teor polimérico (entre 6% e 9%) geram uma diferenciação nos resultados da RCS. Porém, aos 28 dias é notório que uma maior massa específica leva a uma melhor performance mecânica, especialmente para um teor de polímero de 9%.

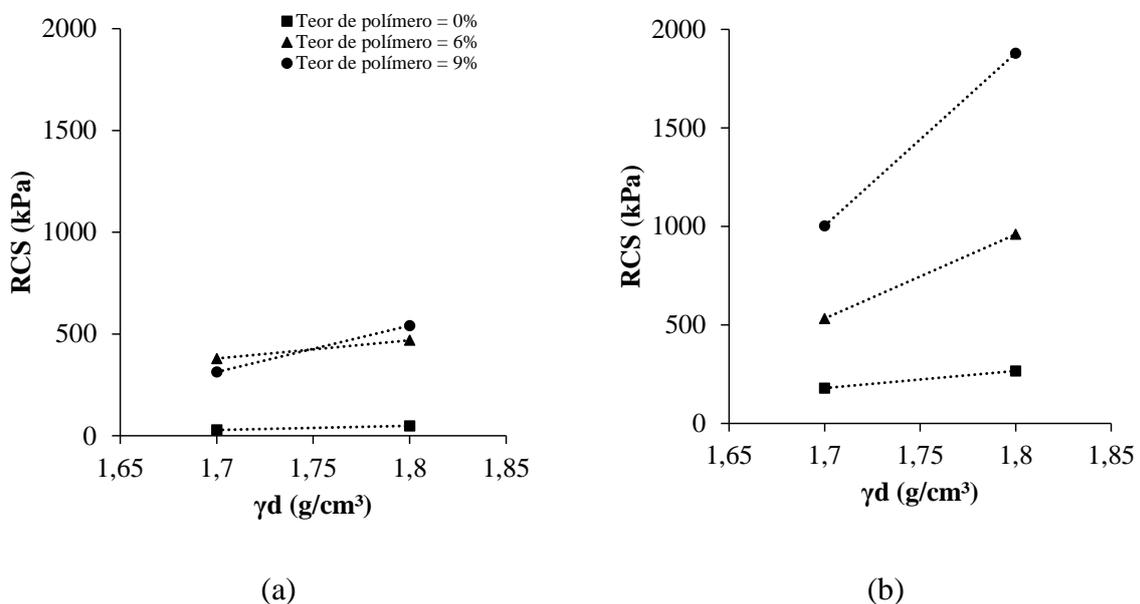


Figura 4.10. Interação do tempo de cura com a massa específica. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

Para então investigar a influência do teor de polímero, na Fig. 4.11 são apresentados os gráficos que relacionam o teor de polímero com o tempo de cura. Pela Fig. 4.11a verifica-se que o comportamento da curva é polinomial, com estabelecimento de um valor máximo de resistência para os 7 dias de cura, que parece ser uma tendência para outros teores poliméricos.

Provavelmente o polímero aos sete dias contribui com uma parcela de resistência máxima relativa à porcentagem de cura naquele período. Isto é, mesmo que houvesse mais polímero, esse material estaria passando pelas mesmas reações químicas aos 7 dias, e assim, teria a mesma resistência máxima. Por isso a cura é tão importante para esse compósito.

Já na Fig. 4.11b identifica-se que a RCS cresce de forma exponencial com relação ao teor polimérico. É importante destacar que essa afirmação vale apenas para a faixa de valores investigada.

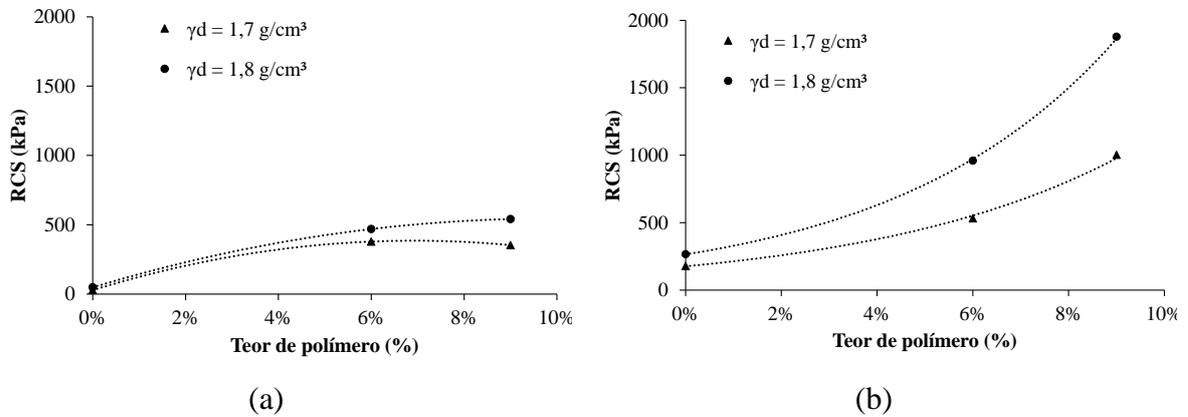


Figura 4.11. Interação teor de polímero com tempo de cura. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

Como os resultados para as soluções de 40% e 60% mostraram que um tempo de cura de 28 dias leva a um aumento expressivo na RCS, decidiu-se avaliar essa mesma cura para um compósito com solução de 80% (teor de polímero de 12%). Na Fig. 4.12 são apresentados os resultados de compressão simples para as soluções poliméricas de 60% e 80%. Conforme observado, não existem mudanças significativas nos valores de resistência, o que leva a constatação que o teor ótimo de polímero para o compósito é de 9%. É comum haver um limite para o qual os estabilizantes e reforços deixam de ser eficientes.

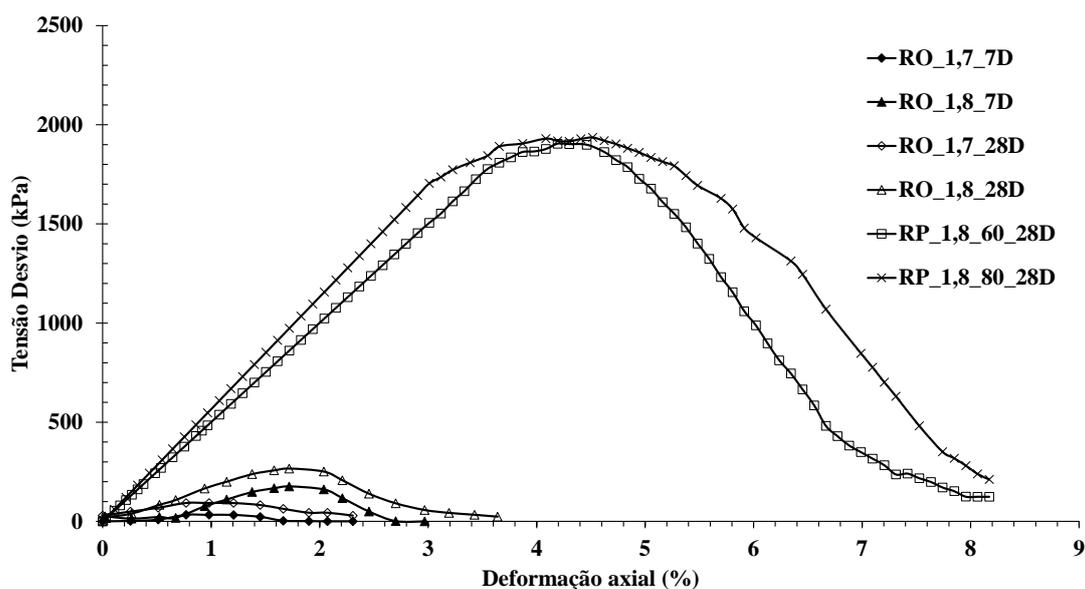


Figura 4.12. Comparação máximo 60% para solução 80%.

#### 4.2.1.2. Compósitos Rejeito-Polímero-Cal (RPC)

Os compósitos formados por rejeito-polímero-cal (RPC) também foram analisados a partir das duas massas específicas e dois tempos de cura. É importante lembrar que neste caso foi adicionado 1% de cal em massa, a partir da quantidade de rejeito. Este valor foi definido a partir do resultado do ensaio de pHmetro, mostrado mais adiante.

Na Fig. 4.13 são apresentados os resultados de compressão simples para os compósitos RPC com solução SP40, ou seja, contendo 6% de polímero. Observa-se que com o aumento do tempo de cura e do peso específico houve um incremento na RCS. Nas amostras com sete dias, a deformação axial associada a tensão de pico foi de 2,5% e 3,5%, e nas amostras com 28 dias, foi de 2% e 3,5%, respectivamente para as massas específicas de 1,7 g/cm<sup>3</sup> e 1,8 g/cm<sup>3</sup>.

Constata-se um aumento do módulo de rigidez inicial também com o tempo de cura, sendo que ambas as amostras do compósito para 28 dias possuem valores similares. Apesar da melhoria observada com relação ao rejeito puro, os compósitos RPC obtiveram desempenho inferior aos RP.

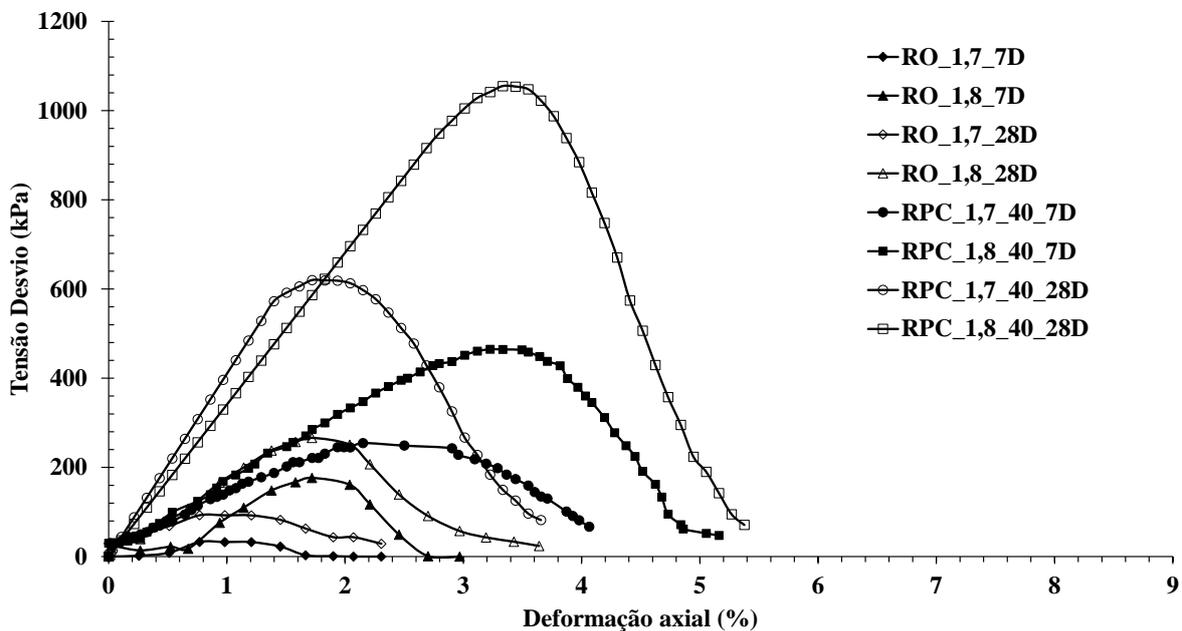


Figura 4.13. Resistência à compressão simples para a solução de 40% com cal

Na Figura 4.14 são apresentados os resultados de compressão simples para a solução de 60%, ou seja, contendo 9% de polímero. Observa-se uma queda na RCS para todas as amostras, com pouco ganho de resistência entre 7 e 28 dias. Essa resposta indica que a cal anulou os efeitos de cura do polímero para esse teor, já que não houveram mudanças significativas com o tempo de cura.

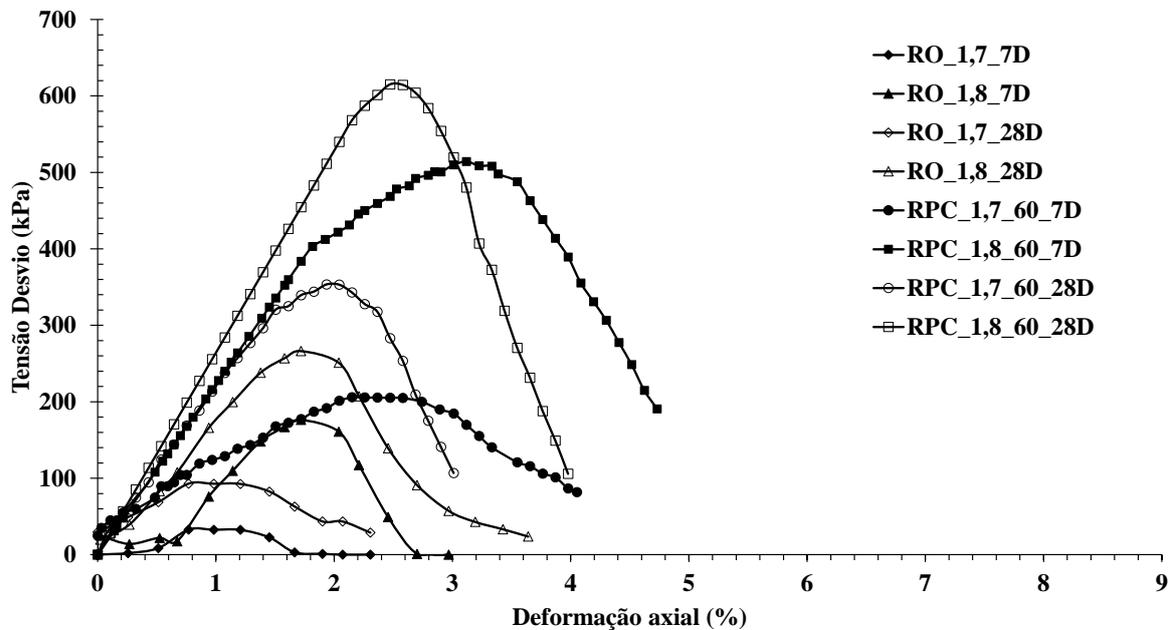


Figura 4.14. Resistência à compressão simples para a solução de 60%.

Conforme será discutido mais adiante, a alteração do pH provocada pela cal fez com que as forças de repulsão fossem dominantes, especialmente entre o rejeito e o polímero. Por isso, com o aumento do estabilizante os resultados de RCS para o teor de polímero de 9% foram inferiores ao com o teor de 6%.

A análise ANOVA foi então conduzida para as interações de segunda e terceira ordem. Os resultados são apresentados na Tabela 4.7, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.7. Tabela ANOVA para o compósito RPC com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	565301	565301	499,74	$1,71 \cdot 10^{-13}$
B	1	577279	577279	510,33	$1,45 \cdot 10^{-13}$
C	1	113458	113458	100,30	$2,69 \cdot 10^{-8}$
AB	1	25947	25947	22,94	0,000201
AC	1	117115	117115	103,53	$2,16 \cdot 10^{-8}$
BC	1	757	757	0,669	0,425339
ABC	1	34181	34181	30,217	$4,87 \cdot 10^{-5}$
Residual	16	18099			

A análise ANOVA demonstrou que todos os fatores controláveis (massa específica, tempo de cura e teor de polímero) e as combinações AB, AC e ABC são significativos para determinação da RCS, a um nível de significância de 0,001. Apenas a combinação massa específica e teor de solução não é significativa.

Obteve-se ótimos valores de  $R^2$  pelo Teste t de Student, sendo de 0,9513 para o modelo de segunda ordem e de 0,9821 para o de terceira ordem. Essa melhoria no  $R^2$  fez com que o modelo completo fosse escolhido para as análises seguintes. Além disso, o modelo de terceira ordem possui um menor valor da soma dos quadrados dos resíduos, indicando que é um melhor modelo da variabilidade dos dados. Uma comparação entre os modelos é apresentada na Tab. 4.8.

Tabela 4.8. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.

Modelo	GL	Soma dos Quadrados dos Resíduos (SSR)	$R^2$
Segunda ordem	17	52280	0,9513
Terceira ordem	16	18099	0,9821

Para testar a normalidade também foi utilizado o teste de Shapiro-Wilk e para o teste de homoscedasticidade aplicou-se o teste de Breush-Pagan. Os dados atenderam ambas as pressuposições.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto da Fig. 4.15 é apresentado. Constata-se que o efeito da massa específica e do tempo de cura são os mais significativos, seguidos da combinação tempo de cura-teor de solução e do teor de solução isolado. As interações ABC, AB e BC são as menos significativas.

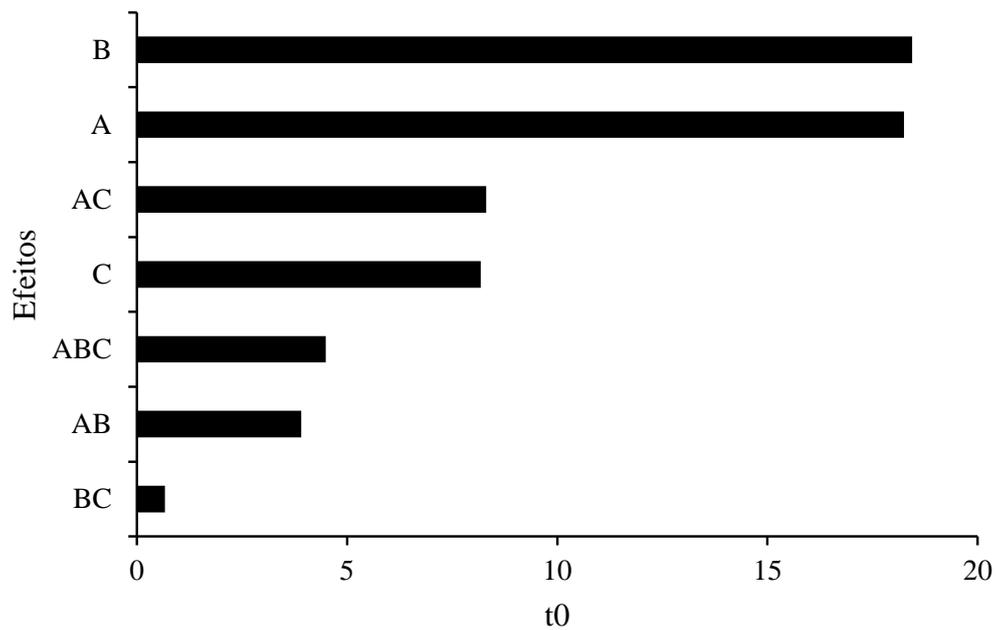


Figura 4.15. Gráfico de Pareto das interações.

Para então avaliar a influência entre as variáveis para este compósito, realizou-se uma análise da interação das variáveis. Na Fig. 4.16 são apresentadas as relações do peso específico com o teor de solução para os dois períodos de cura.

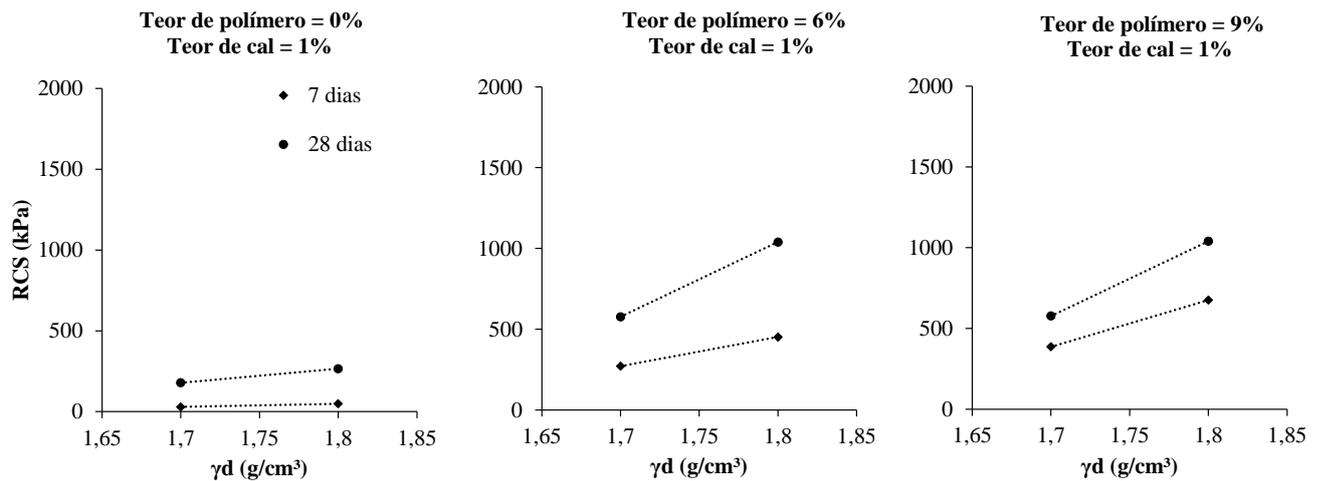


Figura 4.16. Interação teor de polímero com a massa específica.

Pelo gráfico apresentado na Fig. 4.16 é possível perceber que o teor polimérico de 9% tem um desempenho inferior comparado ao de 6%, apesar de ainda melhor que o rejeito puro. Isto indica que a adição de cal anulou os efeitos do estabilizante quando a solução contém menos água e mais polímero (SP60). No caso do teor polimérico de 6%, a cal não afetou o desempenho do polímero, mas também não trouxe melhorias comparados ao compósito RP.

Uma avaliação da interação da massa específica com o tempo de cura também foi feita, conforme apresentado na Fig. 4.17. Assim como no compósito RP, aos sete dias o incremento de resistência dado pelo polímero é máximo independente do teor. Aos 28 dias, tem-se uma elevação na resistência para todos os teores, onde a performance do teor 6% é melhor para ambas as massas específicas.

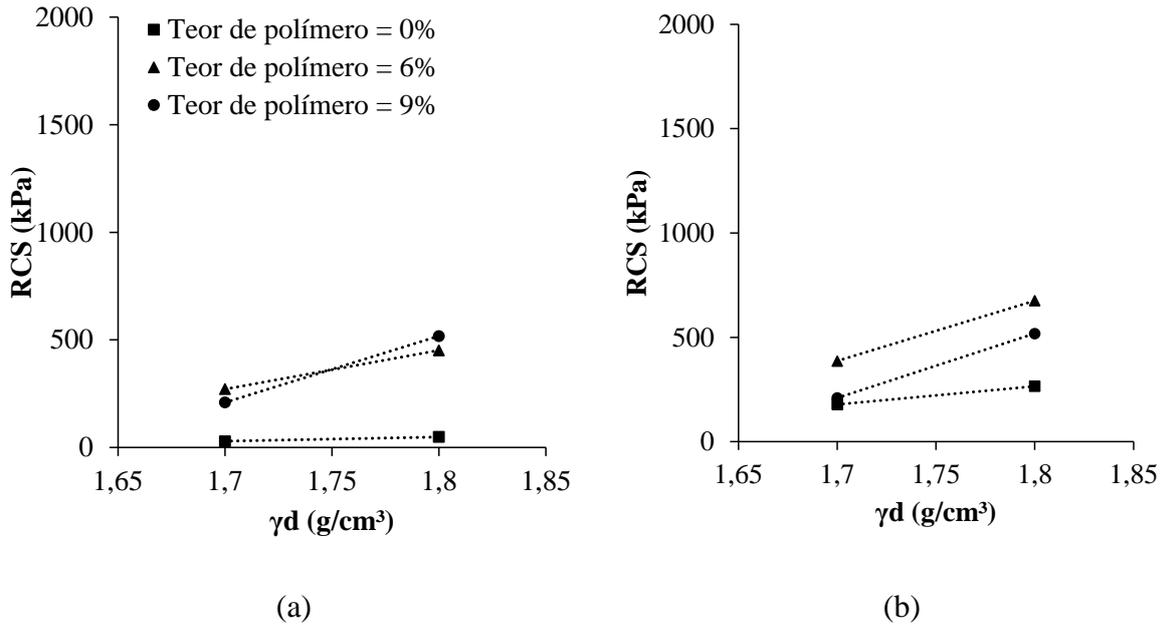


Figura 4.17. Interação do tempo de cura com a massa específica. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

Pela interação teor de polímero com o tempo de cura, apresentada na Fig. 4.18, observa-se que para a faixa de valores pesquisada, aos sete dias há também uma estabilização no valor máximo. Contudo, aos 28 dias, onde a cal e o polímero já reagiram, há uma diminuição da resistência com o aumento do teor, com forma polinomial.

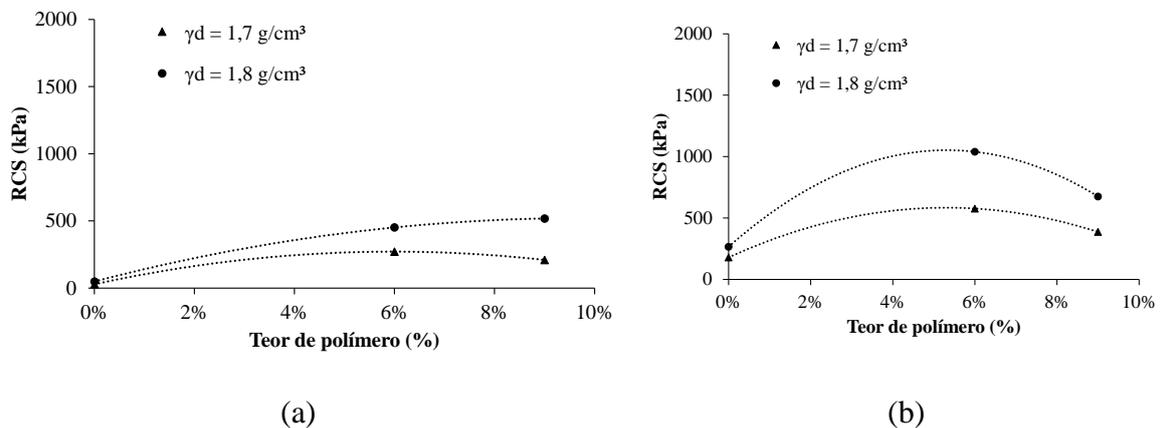


Figura 4.18. Interação teor de polímero com tempo de cura (a) 7 dias; (b) 28 dias.

Da mesma maneira que para os compósitos RP, o polímero aos sete dias atinge um valor máximo de contribuição com a RCS. Porém, aos 28 dias, a queda na RCS é notória pelo efeito de uma maior inserção do polímero.

### 4.2.1.3. Compósitos Rejeito-Polímero-Fibra (RPF)

Ao adicionar fibra aos compósitos rejeito-polímero a expectativa era de melhorar o comportamento pós-pico, reduzindo a resposta frágil do material e aumentando a ductilidade. Isto porque após a ruptura, as fibras passam a resistir e ancorar a massa para que ela não se particione.

Esse efeito de fato aconteceu, conforme mostram as curvas na Fig. 4.19 para a solução de 40% e na Fig. 4.20 para a solução de 60%. Em todos os casos, a queda da RCS pós pico foi atenuada quando comparada aos compósitos RP. Além disso, observa-se que assim como o polímero, a atuação das fibras é beneficiada por uma estrutura mais estável, ou seja, com massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup>. Isso facilita a ancoragem delas, o que aumenta a resistência pós-pico.

Observa-se que a parcela de resistência adicional dada pelas fibras permite inclusive sugerir uma redução do polímero nos compósitos, já que foram obtidos valores próximos de RCS para os dois tores. Como por exemplo, para o compósito RPF\_1,8\_40\_28D obteve-se um valor de RCS de aproximadamente 2200 kPa, em comparação com o 1900 kPa do compósito RP\_1,8\_60\_28D. Por estes gráficos é possível também concluir que a partir da mobilização das tensões de tração das fibras o compósito RPF torna-se mais dúctil que o RP.

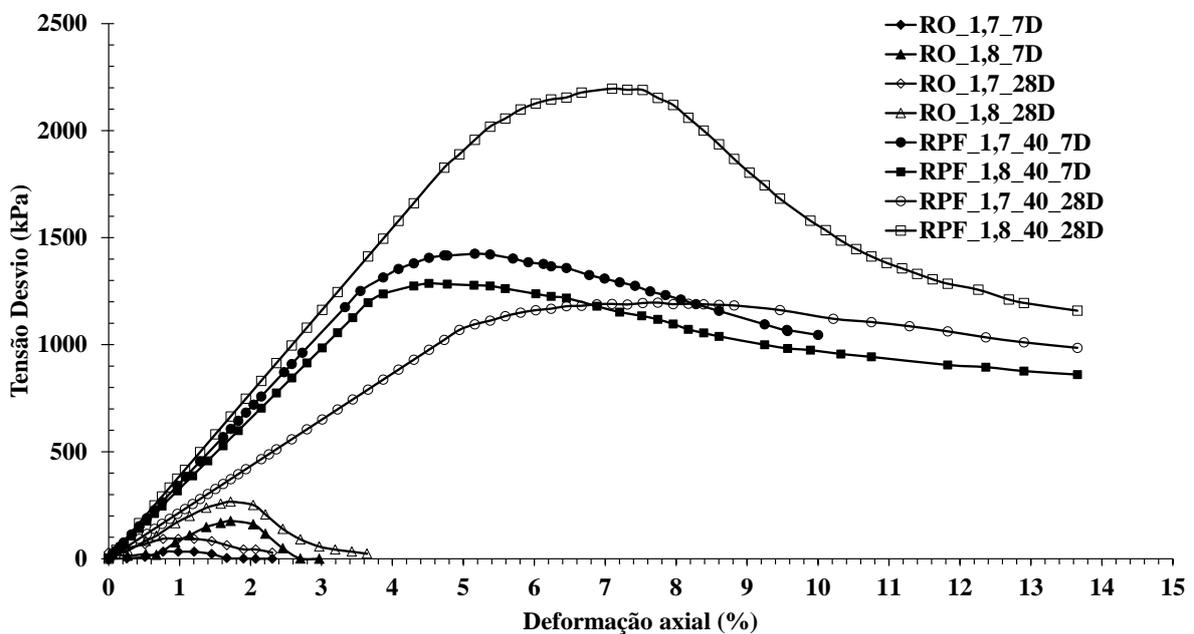


Figura 4.19. Resistência a compressão simples para compósito de S40% e fibras.

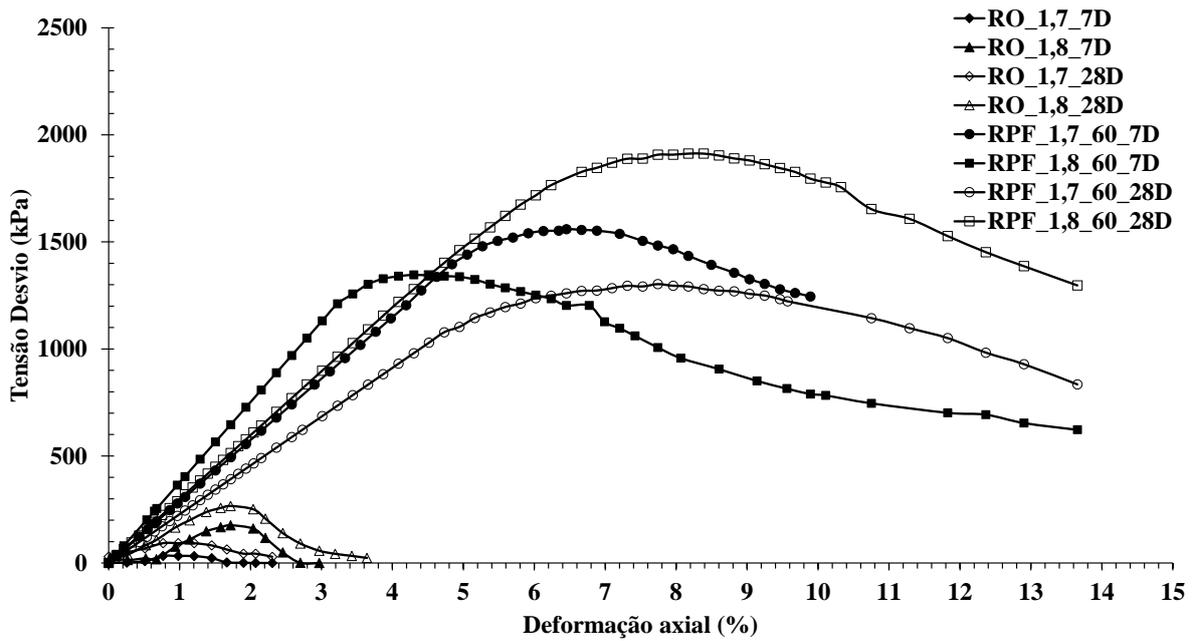


Figura 4.20. Resistência a compressão simples para compósito de S60% e fibras.

Para avaliar a influência dos fatores na variável resposta também para este compósito foi feito uma análise estatística no software RStudio. Os mesmos oito tratamentos apresentados para o RP foram utilizados aqui, com as réplicas.

Da mesma forma, primeiramente foi testado um modelo com interações de segunda ordem, a partir do qual conduziu-se uma análise de ANOVA. Em seguida, foi feito a avaliação com o modelo completo, ou seja, considerando os efeitos de terceira ordem. Os resultados são apresentados na Tabela 4.9, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.9. Tabela ANOVA para o compósito RP com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	333527	333527	417,145	$6,92 \cdot 10^{-13}$
B	1	644935	644935	806,626	$4,06 \cdot 10^{-15}$
C	1	2394	2394	2,995	0,103
AB	1	1541419	1541419	1927,868	$2,0 \cdot 10^{-16}$
AC	1	36101	36101	45,152	$4,93 \cdot 10^{-6}$
BC	1	103052	103052	128,88	$4,57 \cdot 10^{-9}$
ABC	1	50015	50015	62,554	$6,43 \cdot 10^{-07}$
Residual	16	12793	800		

A análise ANOVA demonstrou que os fatores controláveis tempo de cura e massa específica, além das interações AB, AC e BC, são significativos para determinação da RCS, a um nível de significância de 0,001. O teor polimérico para este compósito não é significativo do ponto de vista estatístico, conforme já esperado.

Foram obtidos ótimos valores de  $R^2$  pelo Teste t de Student, sendo de 0,9688 para o modelo de segunda ordem e de 0,9932 para o de terceira ordem. Essa melhoria no  $R^2$  fez com que o modelo completo fosse escolhido para as análises seguintes. Além disso, o modelo de terceira ordem possui um menor valor da soma dos quadrados dos resíduos, indicando que é um melhor modelo da variabilidade dos dados. Uma comparação entre os modelos é apresentada na Tab. 4.10.

Tabela 4.10. Comparação entre os modelos ANOVA considerando os efeitos de segunda e terceira ordem.

Modelo	GL	Soma dos Quadrados dos Resíduos (SSR)	$R^2$
Segunda ordem	17	62807	0,9688
Terceira ordem	16	12793	0,9932

Para testar a normalidade foi utilizado o teste de Shapiro-Wilk e para o teste de homoscedasticidade aplicou-se o teste de Breush-Pagan. Os dados atenderam ambas as pressuposições.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto, da Fig. 4.21, é apresentado relacionando os efeitos com a sua magnitude. Constata-se que a interação mais significativa é a combinação entre o tempo de cura e a massa específica. Em seguida tem-se o efeito da massa específica e do tempo de cura isolados, e após a interação entre BC, ABC, AC e, por último, o efeito do teor polimérico que foi observado como não significativo.

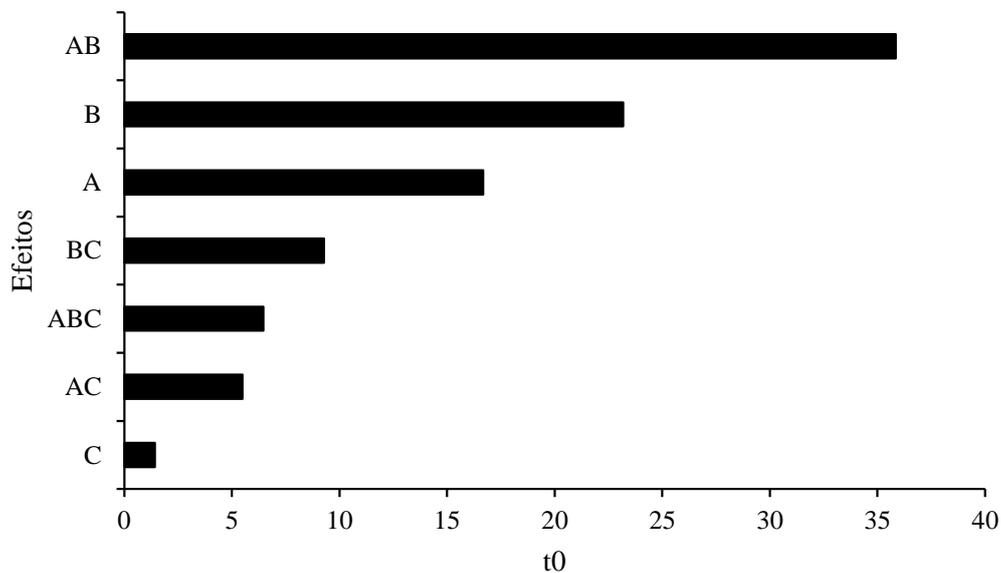


Figura 4.21. Gráfico de Pareto das interações.

Uma análise da interação entre o teor de polímero e a massa específica é apresentada na Fig. 4.22. Observa-se que para os teores de 6% e 9%, há um incremento na RCS de aproximadamente 1000 kPa para a massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup>, e uma queda de 200 kPa para 1,7 g/cm<sup>3</sup> quando se compara com o tempo de cura.

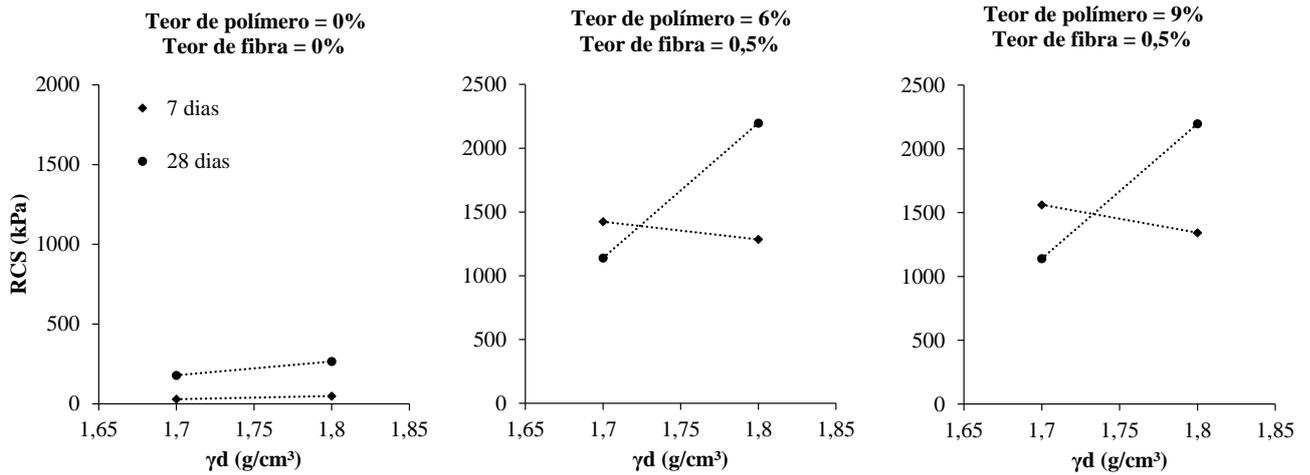


Figura 4.22. Interação teor de polímero com a massa específica.

Na Figura 4.23 é apresentada a interação entre o tempo de cura e a massa específica. Conforme já observado nos compósitos RP e RPC, aos sete dias há uma resistência máxima oferecida pelo polímero. A matriz ainda umedecida não colabora para a ancoragem das fibras e por isso os compósitos apresentam valores próximos.

Já aos 28 dias observa-se que o teor polimérico de 6% é o que mais se beneficia do aumento da massa específica. Entende-se este seria o teor ótimo garantir o efeito coesivo entre as partículas mais finas e criar uma estrutura de ancoragem para as fibras, e assim, colaborar com a resistência a tração delas.

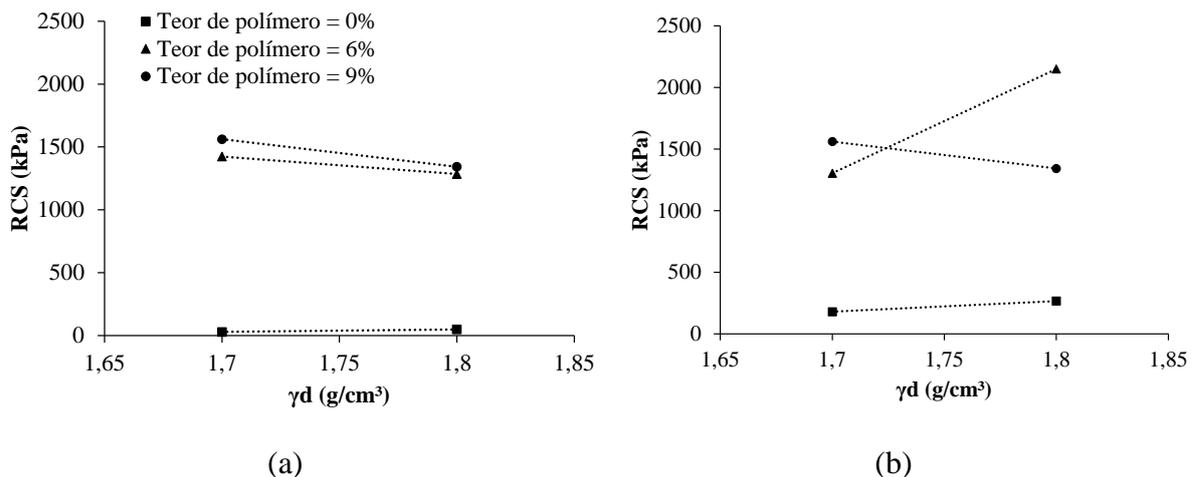


Figura 4.23. Interação teor de polímero com tempo de cura. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

Na Fig. 4.24 é apresentada a relação entre o tempo de cura e o teor de polímero. Assim como em todos os casos já mencionados, aos sete dias há uma estabilização da RCS. Já para os 28

dias, as curvas apresentam comportamento polinomial, com leve queda na RCS para o teor de 9% em relação ao de 6% para a maior massa específica.

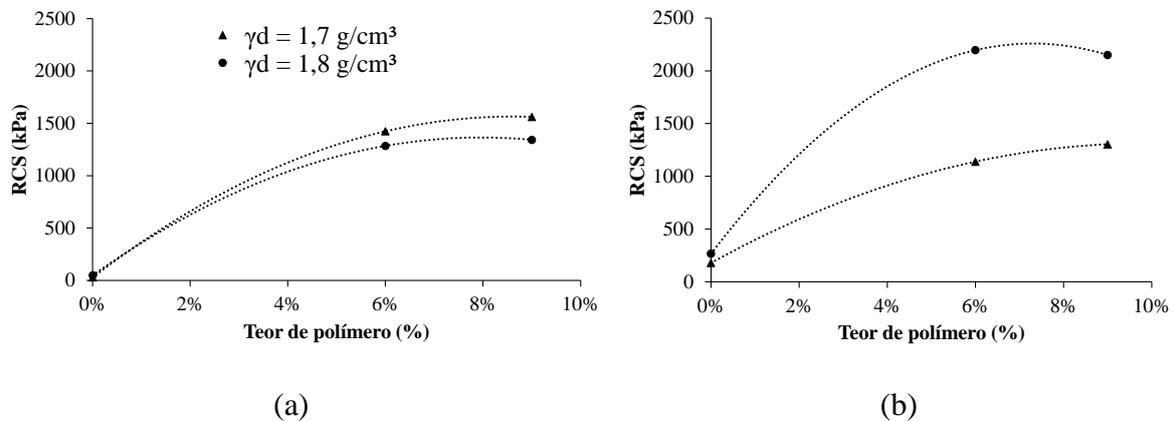


Figura 4.24. Interação teor de polímero com tempo de cura (a) 7 dias; (b) 28 dias.

No caso do compósito rejeito-polímero-fibra os resultados corroboram aos apresentados por Consoli *et al.* (1999) para solos cimentados reforçados com fibras de vidro. No caso dos autores, os compósitos formados com um menor teor de estabilizante (cimento) apresentaram melhores resultados quando reforçados.

No caso dos compósitos RP, o maior teor polímero foi mais benéfico para a RCS. Porém, quando é feita a inserção das fibras, que é um tipo de reforço linear, um teor polimérico a partir de 6% não contribui com a ancoragem delas na matriz.

Conforme apresentado por Zonrberg (2002), o principal tipo de ruptura de compósitos reforçados por fibras é na ancoragem. Dessa forma, sabendo que o polímero é um material viscoso, o ângulo de atrito é menor no contato da ancoragem, pois ele passa a ser em maioria fibra-polímero e não fibra-partícula de rejeito.

#### 4.2.2. RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

Na Fig. 4.25 apresentam-se as curvas tensão de cisalhamento por deslocamento horizontal para o rejeito de minério de ouro puro, com diferentes massas específicas, moldados na umidade ótima do rejeito puro (15%) aos 28 dias após a moldagem.

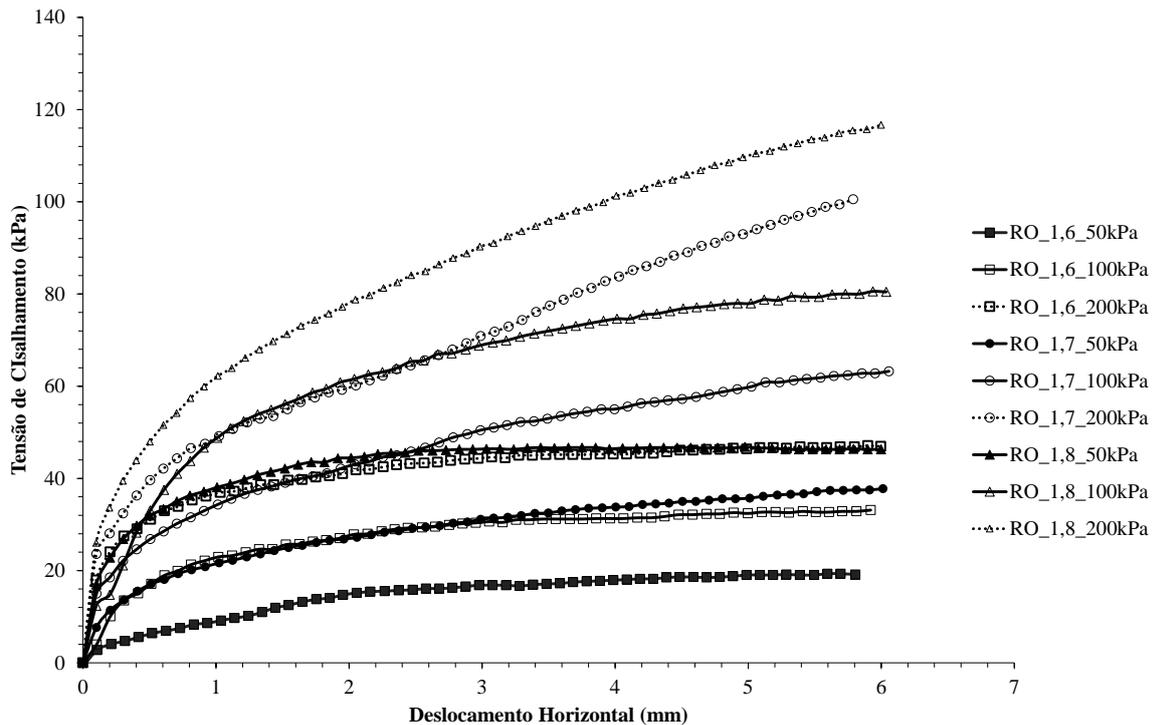
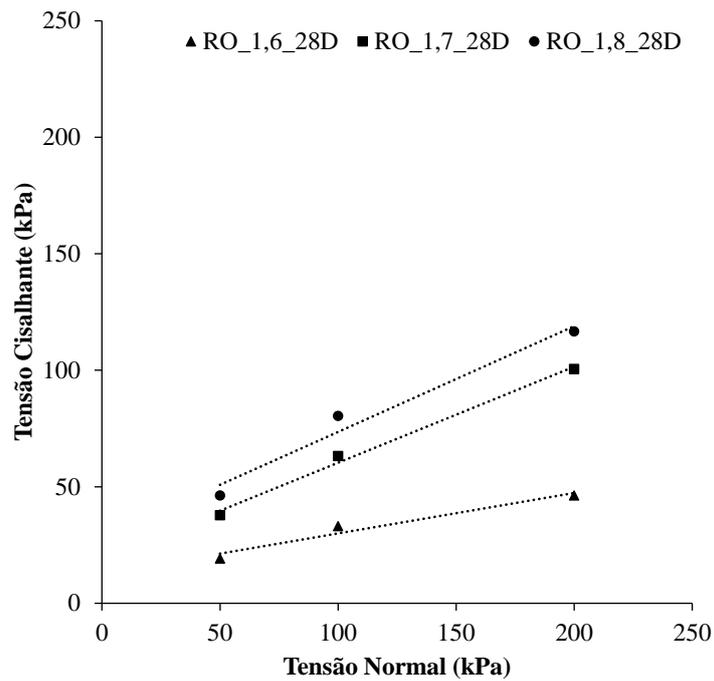


Figura 4.25. Tensão de cisalhamento por deslocamento horizontal.

Os ensaios foram encerrados por limitações do equipamento em aproximadamente 6 mm de deslocamento horizontal. Contudo, observa-se que há um comportamento similar entre as curvas para uma mesma tensão normal, para as quais não há pico definido.

Constata-se ainda que o aumento da massa específica leva a um incremento da tensão cisalhante máxima, e um aumento na deformabilidade do material. Nota-se também que para uma mesma massa específica, há um distanciamento padrão entre as curvas, o que evidencia que o maior imbricamento dos grãos que leva a maiores deformações elásticas. Porém após o início das deformações plásticas a taxa é equivalente.

As envoltórias de ruptura são apresentadas na Fig. 4.26 e na Tab. 4.11 os resultados obtidos para ângulo de atrito e coesão. Como as curvas de tensão cisalhante por deslocamento horizontal foram todas crescentes, adotou-se o valor obtido para o deslocamento de 6 mm para determinação dos parâmetros de resistência.



4.26. Envoltórias de ruptura para o rejeito puro (RO).

Tabela 4.11. Parâmetros de resistência para o rejeito puro.

CP	Coesão (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,6_28D	12	9,8
RO_1,7_28D	19	22,4
RO_1,8_28D	28	24,4

#### 4.2.2.1. Resultados para os compósitos rejeito-polímero (RP)

Na Fig. 4.27 e Fig. 4.28 são apresentadas as curvas tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para os compósitos com a solução de 40%, para as massas específicas de 1,7 e 1,8 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente.

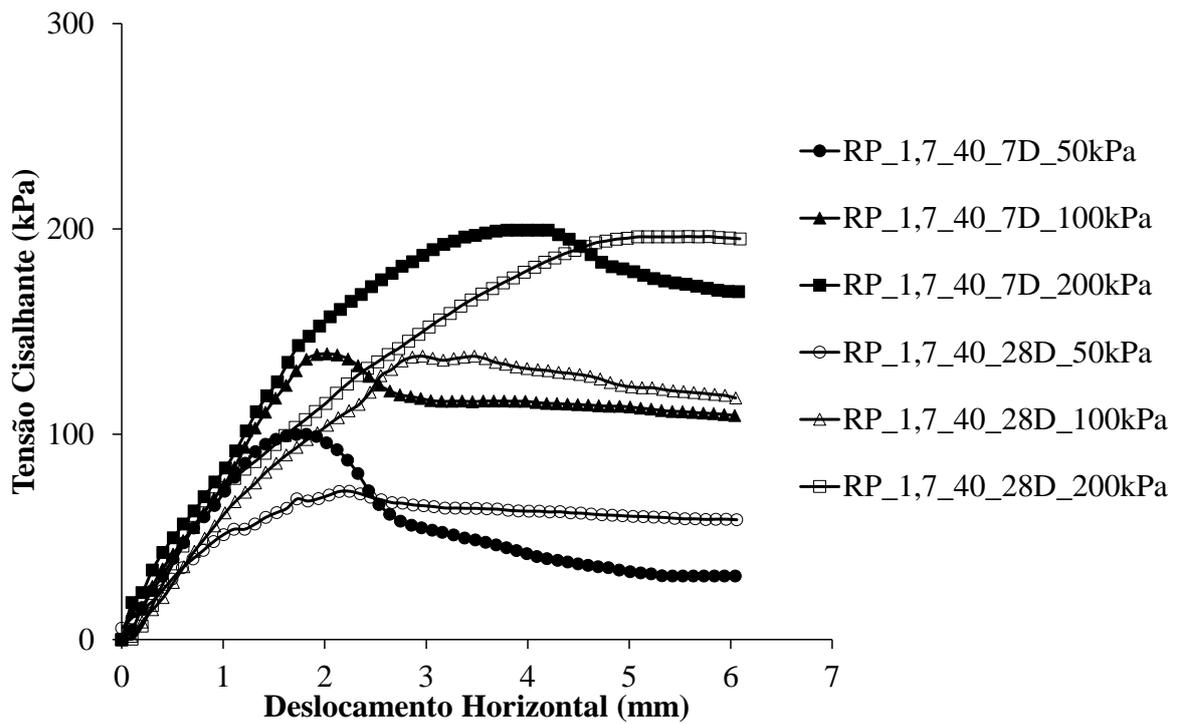


Figura 4.27. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,7\_40.

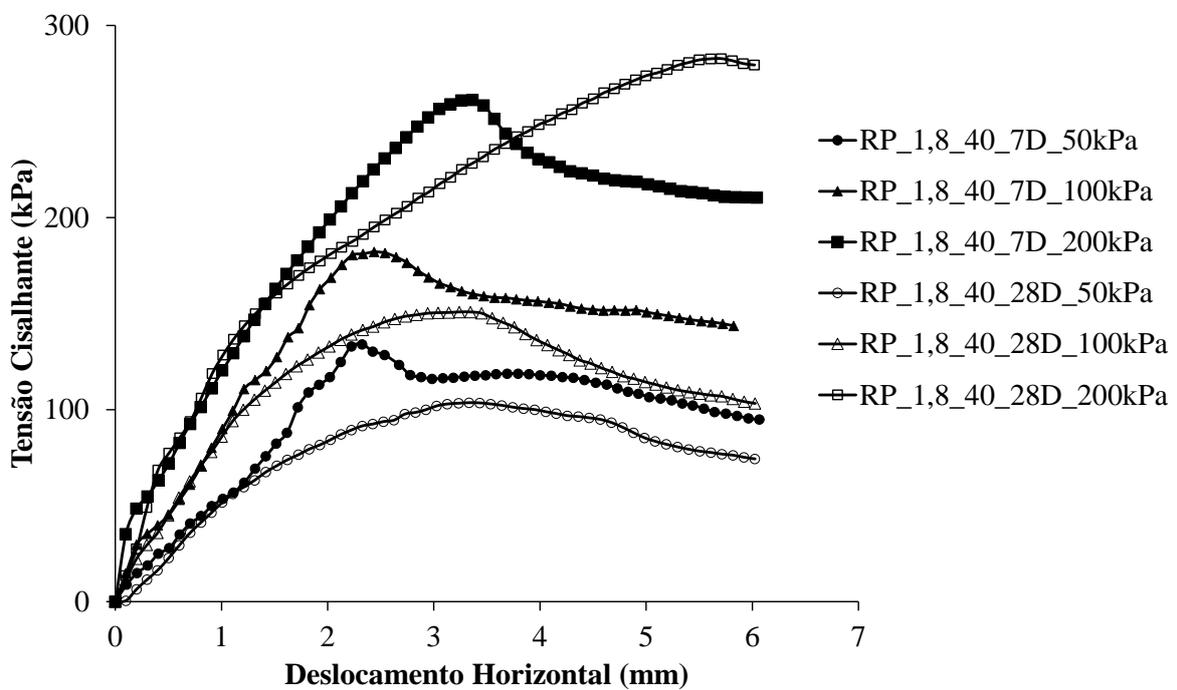


Figura 4.28. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,8\_40.

Em ambos os casos para os compósitos aos sete dias existe um pico nas curvas mais definido, seguido de uma queda da tensão cisalhante. Esse comportamento frágil é geralmente observado em argilas rijas e dura ou areias compactadas. Aos 28 dias, a curva assume uma configuração de ruptura plástica, típica de argilas moles ou médias, ou ainda areias fofas ou pouco compactas.

Possivelmente esse efeito aos sete dias acontece devido à baixa resistência do polímero, que faz com que os grãos do rejeito se mobilizem. Com o passar do tempo de cura e o endurecimento do polímero, a solitação é resistida pelas novas ligações formadas que se rompem quando solicitadas no plano cisalhante.

Já nas Fig. 4.29 e Fig. 4.30 são apresentados os mesmos resultados para os compósitos formados com a solução de 60% para  $1,7 \text{ g/cm}^3$  e  $1,8 \text{ g/cm}^3$ , respectivamente. Observa-se que em geral há um aumento da tensão cisalhante aos 28 dias, especialmente para as amostras de maior massa específica.

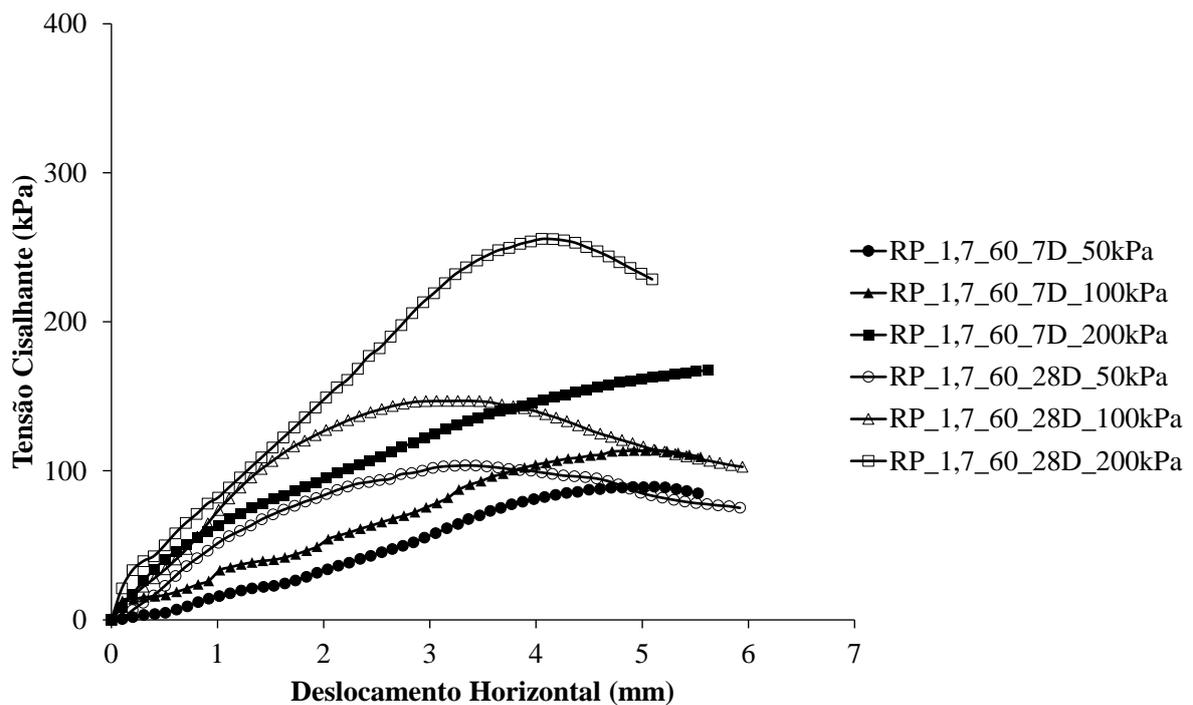


Figura 4.29. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,7\_60.

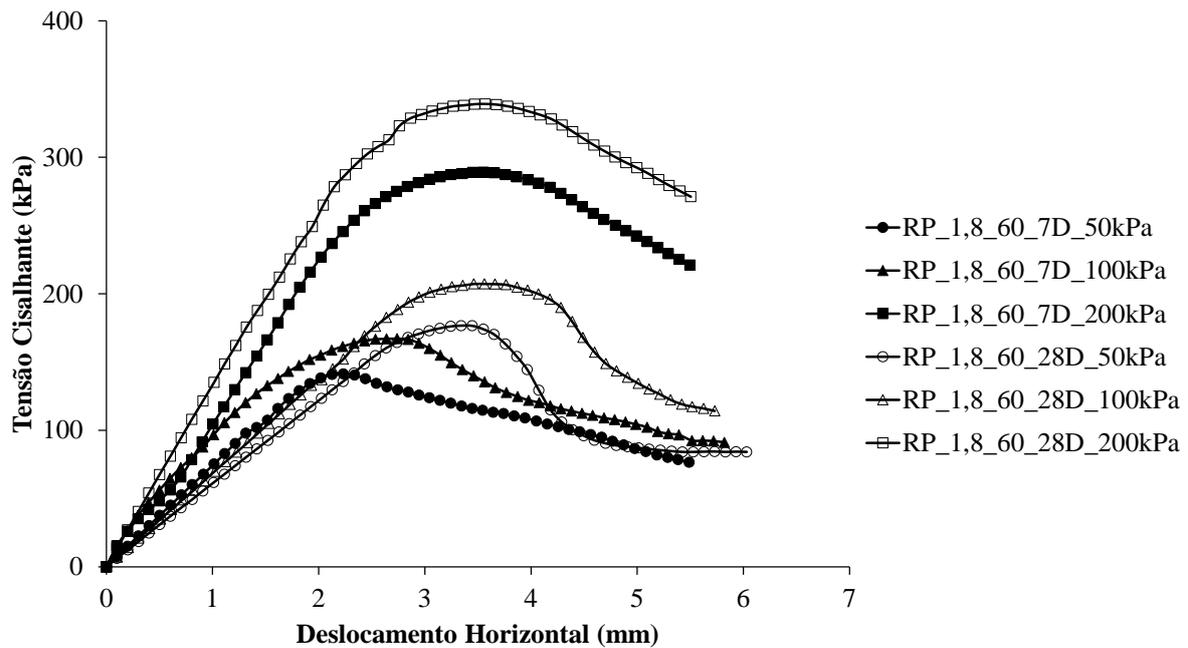


Figura 4.30. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,8\_60.

Ao contrário das amostras com a solução de 40% aos 7 dias, os compósitos RP com solução 60% não apresentam pico definido em nenhum dos tempos de cura. É interessante essa observação pois isso pode indicar que o aumento do polímero trouxe uma maior plasticidade inicial a mistura, o que de fato foi observado experimentalmente durante a moldagem.

Na Fig. 4.31 e Fig. 4.32 são apresentadas as envoltórias de ruptura para os compósitos com o teor polimérico de 6% e 9%, respectivamente. Para os dois casos observa-se um ganho com relação as propriedades mecânicas quando comparado ao rejeito puro.

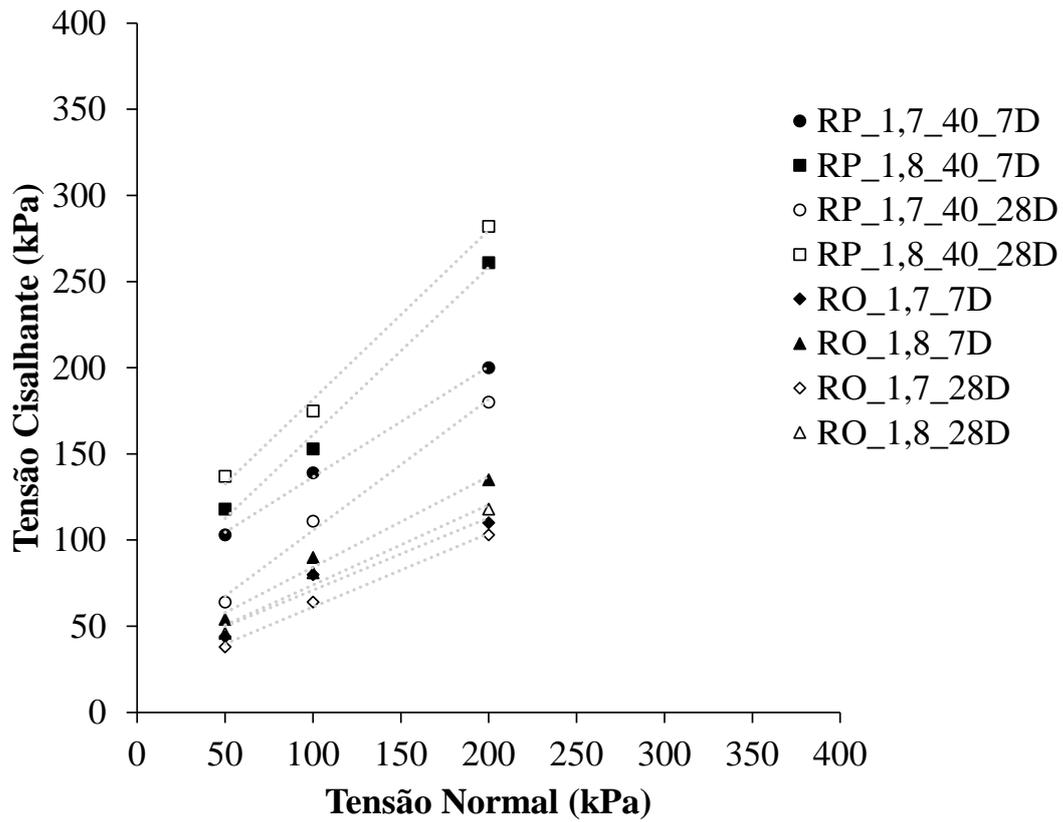


Figura 4.31. Envoltória de ruptura para os compósitos RP\_40.

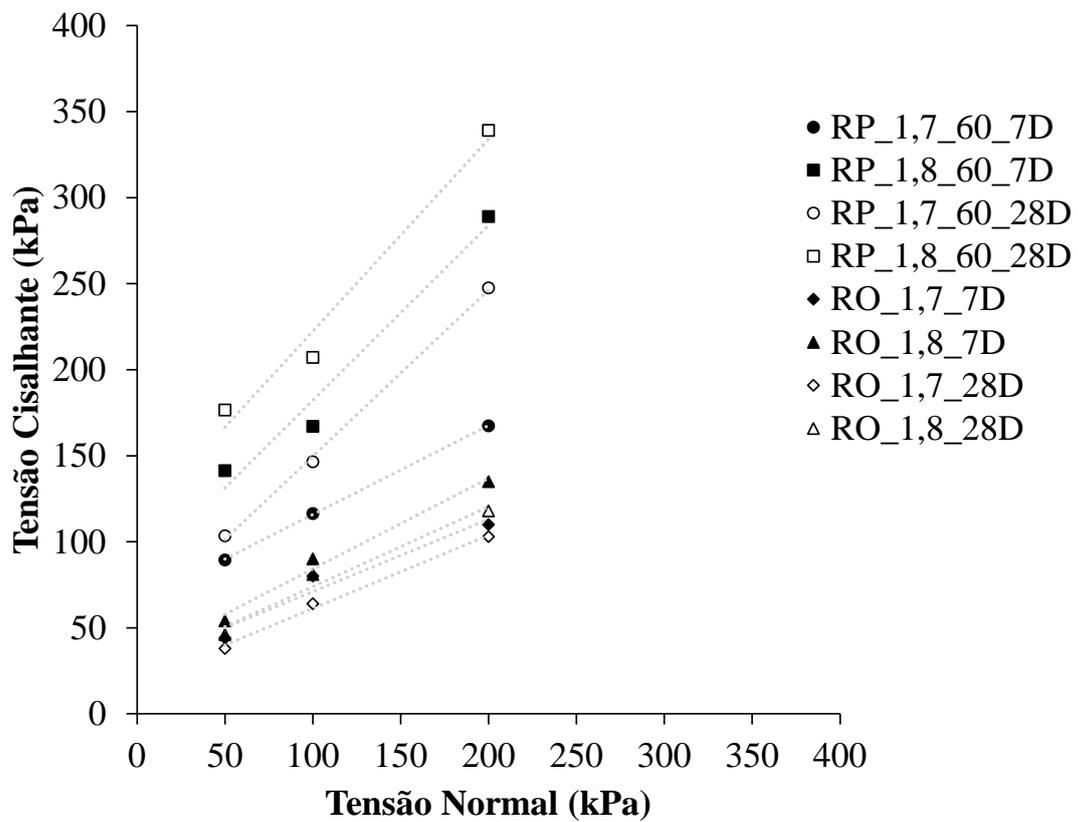


Figura 4.32. Envoltória de ruptura para os compósitos RP\_60.

Apesar de não ser possível de afirmar apenas com três pontos, existe uma probabilidade de que as envoltórias dos compósitos tenham um comportamento bilinear, conforme já observado por outros autores que investigaram solos e rejeitos reforçados com fibras (Casagrande, 2005; Sotomayor *et al.*, 2020). Esse comportamento faz com que o material assuma diferentes propriedades (coesão e ângulo de atrito) a depender do estado de tensão.

Essa bilinearidade advém da quebra das partículas a diferentes estados de tensão, o que altera a estrutura do material. Essa quebra foi observada para as cargas de 200 kPa por meio da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura no material do plano de cisalhamento. Contudo, para concluir esse fato com maior segurança, é preciso realizar ensaios com outras tensões normais. Nesta tese não foi possível por limitações de material e do equipamento. Um resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atrito determinados são apresentados na Tab. 4.12.

Tabela 4.12. Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RP.

1,7 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,7_7D	18	22,8
RO_1,7_28D	19	22,4
RP_1,7_40_7D	72	32,7
RP_1,7_40_28D	29	37,3
RP_1,7_60_7D	64	27,4
RP_1,7_60_28D	53	44,0
1,8 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,8_7D	29	22,9
RO_1,8_28D	28	24,4
RP_1,8_40_7D	64	41,1
RP_1,8_40_28D	83	44,5
RP_1,8_60_7D	80	45,5
RP_1,8_60_28D	110	48,1

É importante destacar que a análise estatística não foi conduzida neste caso, pois o ensaio não é feito com réplicas, o que levaria a resultados estatísticos sem confiabilidade. Em algumas amostras réplicas foram feitas para confirmação do resultado, porém, como não se tratou de uma padronização para todo o experimento, os dados não foram utilizados.

Apesar disso, é possível avaliar a influência das variáveis e das suas interações a partir dos gráficos apresentados em seguida. Conforme Fig. 4.33, há um ganho significativo no valor do intercepto coesivo com o aumento do teor de polímero, especialmente para os compósitos de maior massa específica aos 28 dias, atingindo um intercepto de 110,70 kPa.

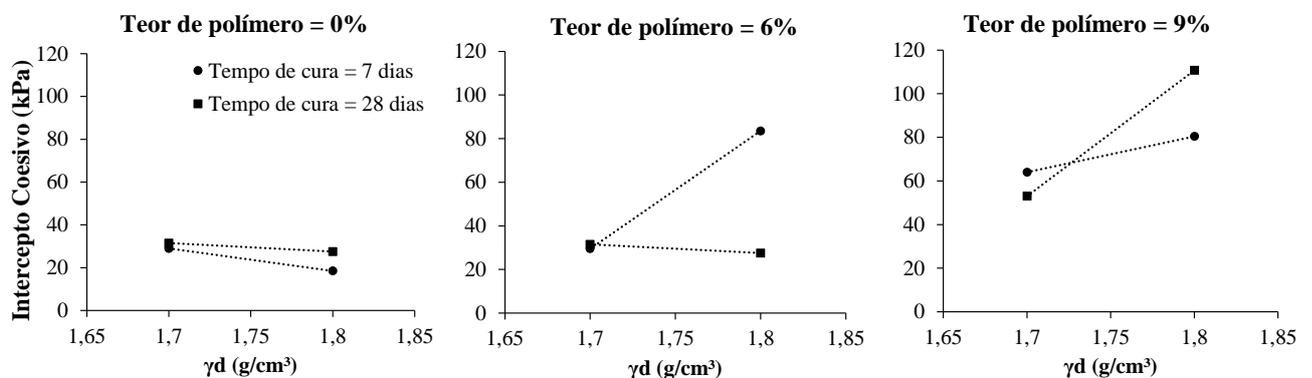


Figura 4.33. Interação teor de polímero e peso específico para o intercepto coesivo.

Esse ganho coesivo pode ser atribuído com segurança ao polímero, pois a partir da observação da curva para o rejeito puro, constata-se que não existem mudanças relacionadas a massa específica nem ao tempo de cura. Aos 28 dias, o rejeito puro com maior massa específica apresentava coesão de 27,5 kPa e para o compósito nas mesmas condições o valor do intercepto coesivo é de 110,7 kPa. Neste caso, poderia ser atribuído o ganho de 83,2 kPa ao efeito coesivo polimérico, já que ambos os casos passaram pelo mesmo processo de perda de umidade e ganho de sucção.

Na Fig. 4.34 é apresentada a interação do tempo de cura e a massa específica com relação ao intercepto coesivo. É interessante verificar que aos sete dias os valores obtidos são próximos, corroborando com a afirmação feita nos resultados de RCS, que há um efeito máximo do estabilizante para esse período. Além disso, aos 28 dias, o ganho de coesão com a adição de mais 3% de polímero é constante para ambas as massas específicas, sendo de aproximadamente 25 kPa.

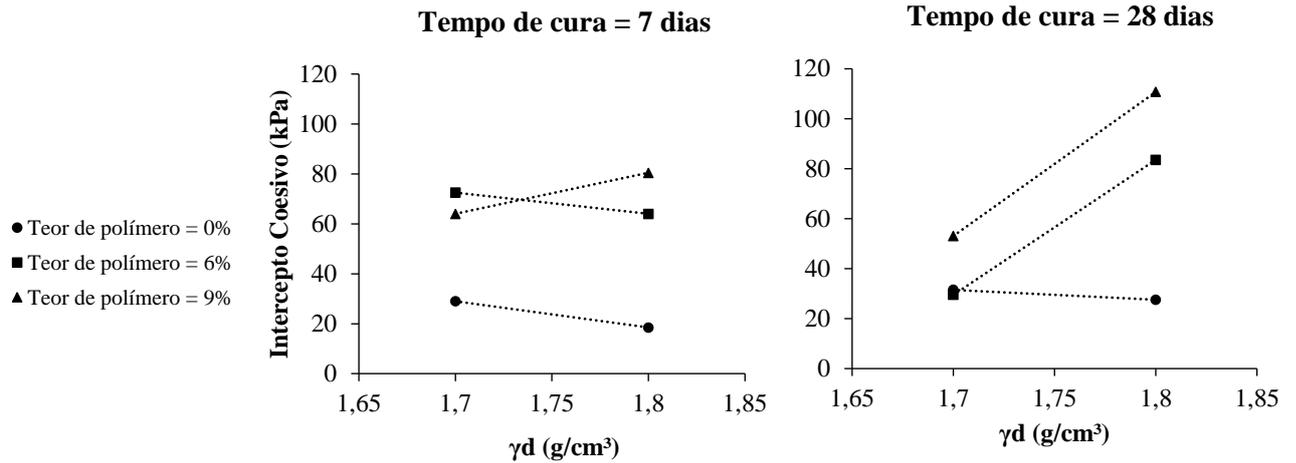


Figura 4.34. Interação tempo de cura e massa específica com relação ao intercepto coesivo.

Por fim, na análise das curvas apresentadas na Fig. 4.35 verifica-se que o aumento do teor polimérico leva a um aumento do intercepto coesivo em todos os casos, exceto aos sete dias para as amostras de menor massa específica. Isso provavelmente ocorre pelo baixo efeito floculante devido a estrutura não consistente da amostra.

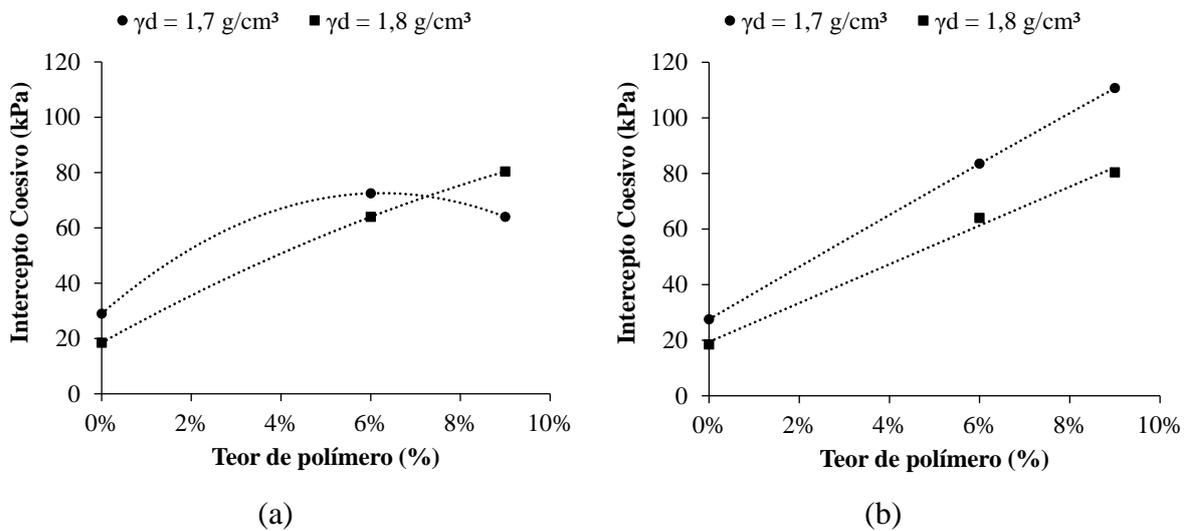


Figura 4.35. Interação do tempo de cura e do teor de polímero com relação ao intercepto coesivo. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

As mesmas análises de interação foram feitas para avaliar o ângulo de atrito das amostras. Na Fig. 4.36 observa-se que o aumento do teor polimérico também leva a um incremento do ângulo de atrito. Para o teor de 6%, os valores obtidos são próximos para ambas as massas específicas. Já para o teor de 9%, a amostra de 1,7 g/cm<sup>3</sup> atinge valores próximos a de 1,8 g/cm<sup>3</sup> aos 28 dias.

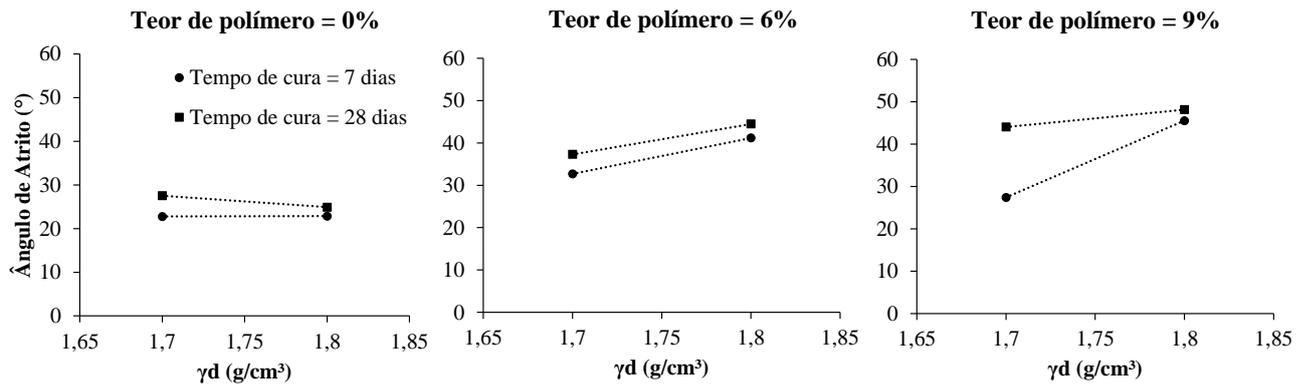


Figura 4.36. Interação teor de polímero e peso específico para o ângulo de atrito.

Por outro lado, observa-se na Fig. 4.37 que o ângulo de atrito sofre pouca influência do teor de polímero mesmo com diferentes períodos de cura. Apesar disso, os valores obtidos na ordem de 45° para o melhor caso é superior aos valores do rejeito puro, que é de 25°.

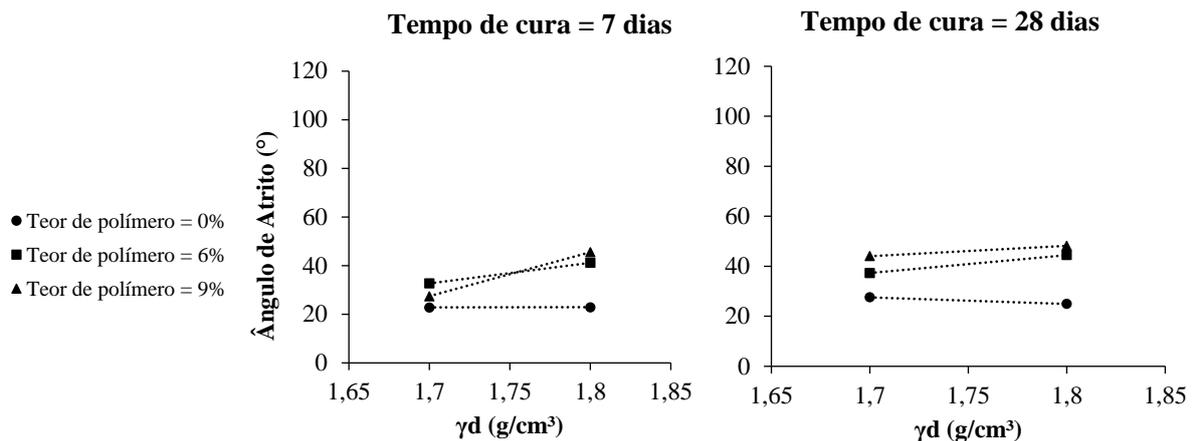


Figura 4.37. Interação tempo de cura e massa específica com relação ao ângulo de atrito.

Assim como para o intercepto coesivo há uma relação crescente linear entre o ângulo de atrito e o teor polimérico, para a faixa de valores analisada aos 28 dias. E, da mesma forma que anteriormente, aos 7 dias o ângulo de atrito tende a estabilizar nos valores de aproximadamente 30° e 45° para as massas específicas de 1,7 g/cm e 1,8 g/cm³, respectivamente, conforme Fig. 2.38. O ângulo de atrito também apresenta ganhos significativos.

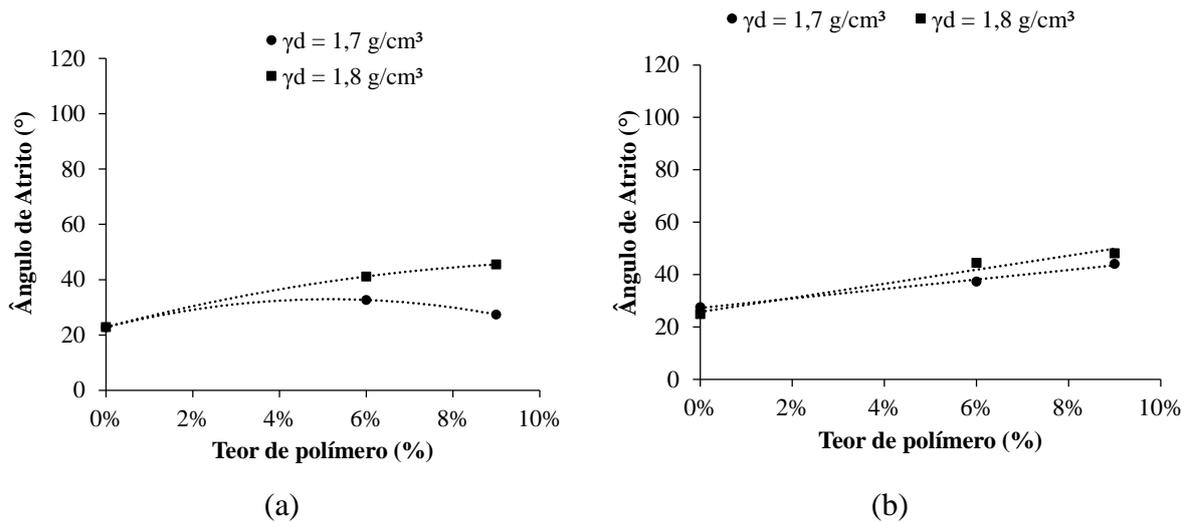


Figura 4.38. Interação tempo de cura e teor de polímero com relação ao ângulo de atrito. (a) 7 dias; (b) 28 dias.

#### 4.2.2.2. Resultados para os Compósitos Rejeito-Polímero-Cal (RPC)

Os resultados dos ensaios de cisalhamento direto para os compósitos RPC são apresentados nas Fig. 4.39 e Fig. 4.40 para a solução de 40%, e na Fig. 4.41. e Fig. 4.42 para a solução de 60%, para ambas as massas específicas.

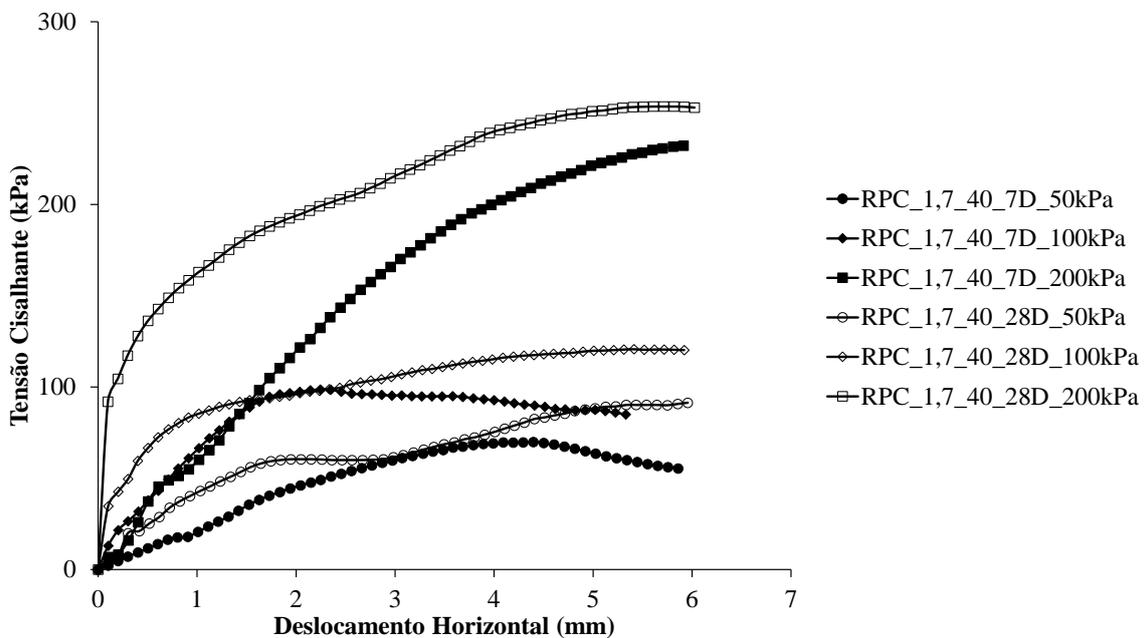


Figura 4.39. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RPC\_1,7\_40.

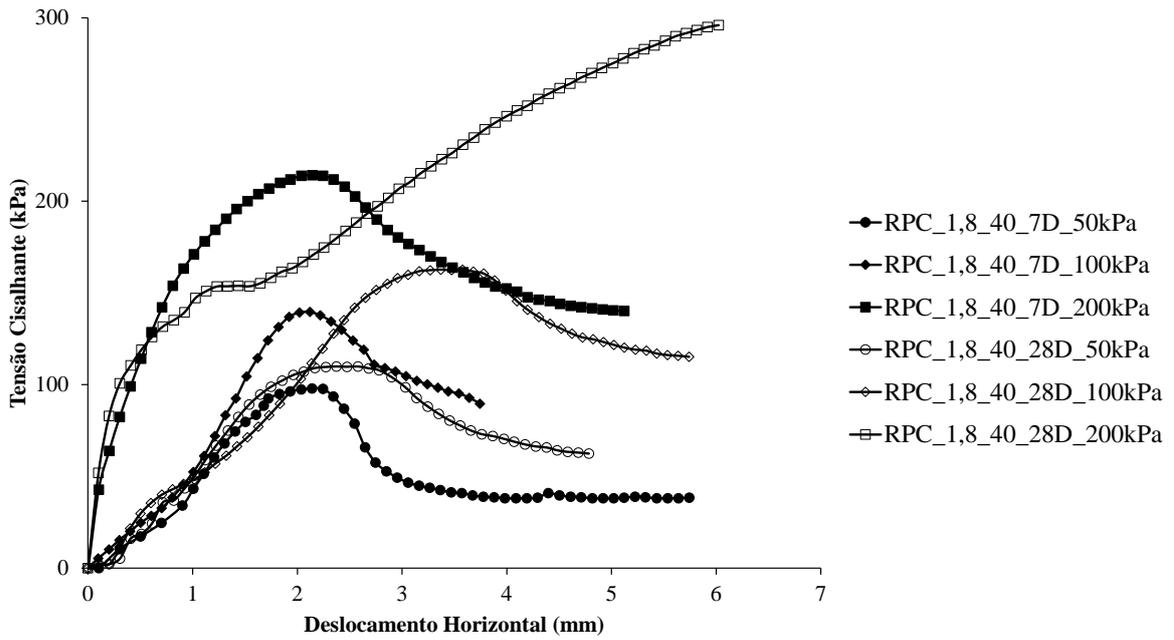


Figura 4.40. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RPC\_1,8\_40.

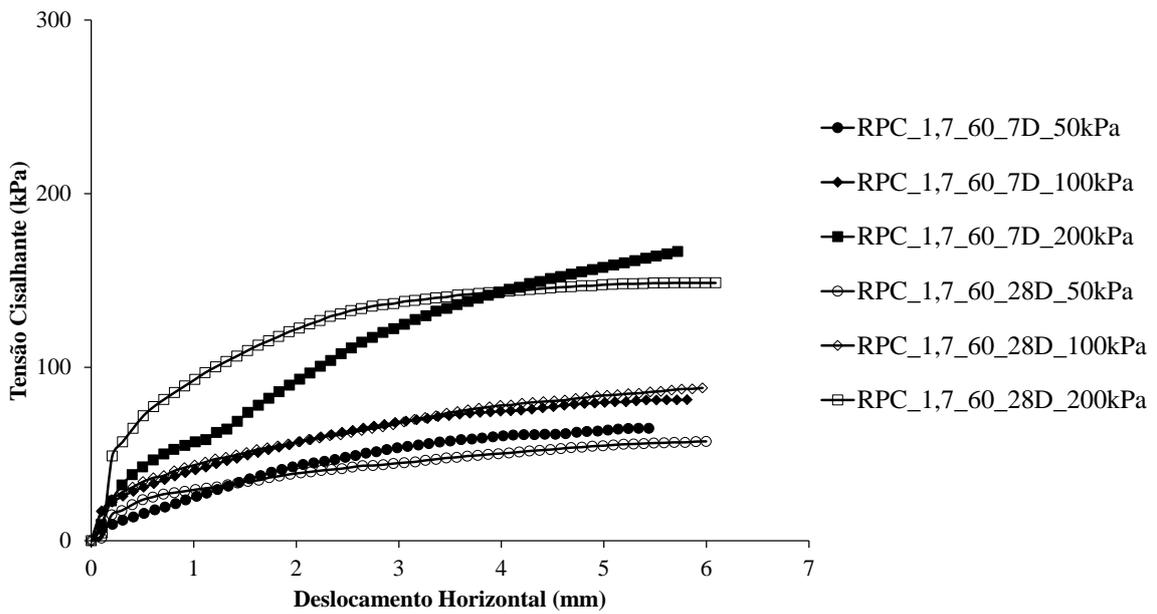


Figura 4.41. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,7\_60.

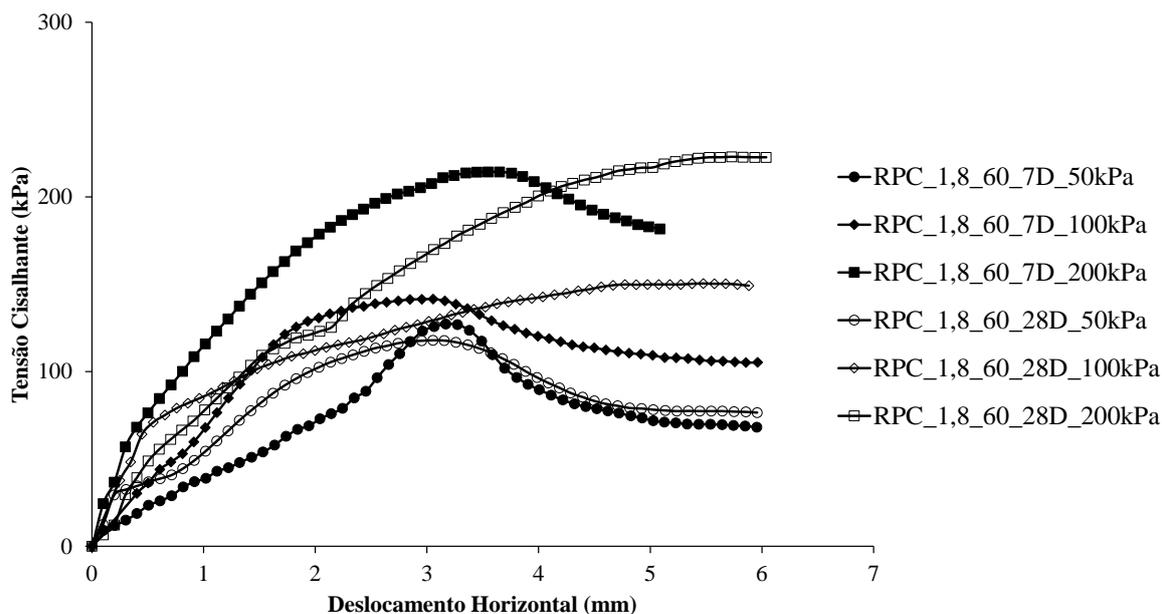


Figura 4.42. Tensão cisalhante por deslocamento horizontal para os compósitos RP\_1,8\_60.

Para os dois teores poliméricos o tempo de cura não levou a um aumento da resistência, gerando valores inferiores ao do compósito RP. Esses resultados demonstram que o polímero além de não atuar nesse compósito ainda gerou um efeito negativo na resistência quando foi aumentado. A explicação para esses resultados experimentais é dada em função do comportamento microestrutural, que será discutido no próximo tópico.

As envoltórias de ruptura para o compósito RPC com 40% e 60% de solução são apresentadas na Fig. 4.43 e Fig. 4.44, respectivamente. Por elas é possível perceber a proximidade dos parâmetros de resistência para ambos os tempos de cura. Na Tab. 4.13 os valores de intercepto coesivo e ângulo de atrito são apresentados.

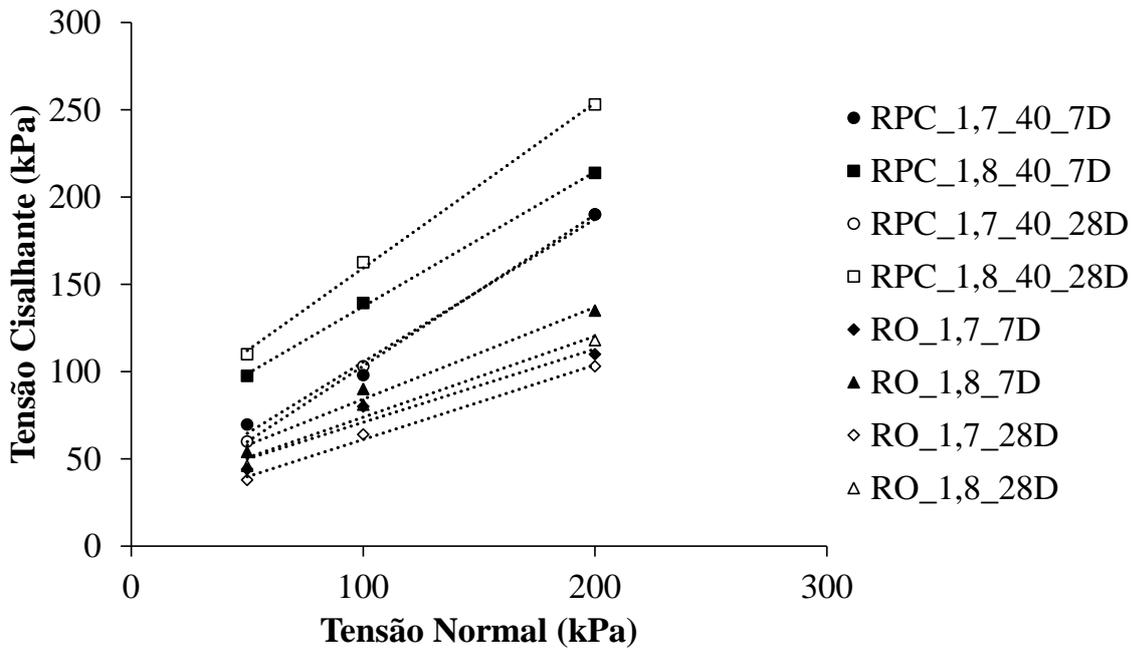


Figura 4.43. Envoltória de ruptura para os compósitos RPC\_40.

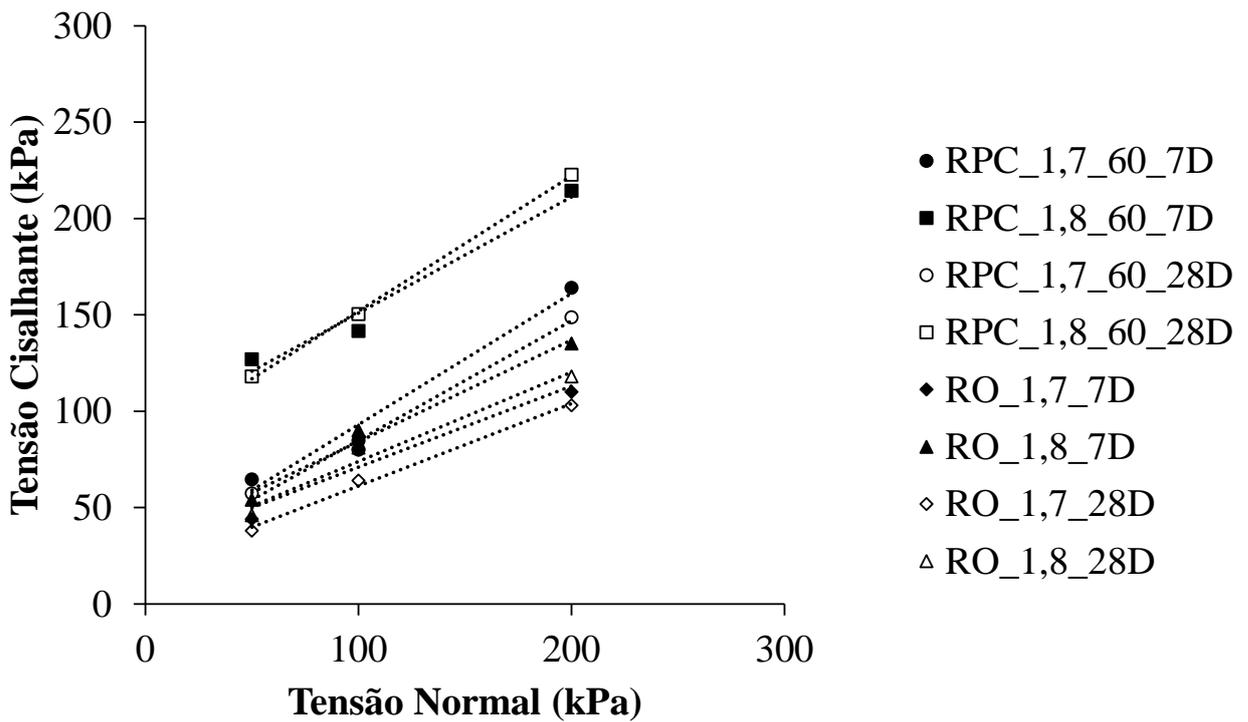
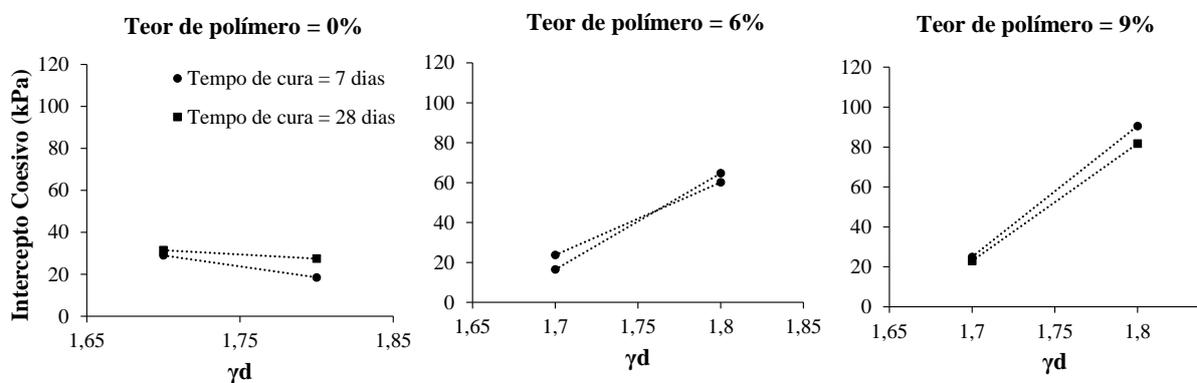


Figura 4.44. Envoltória de ruptura para os compósitos RPC\_60.

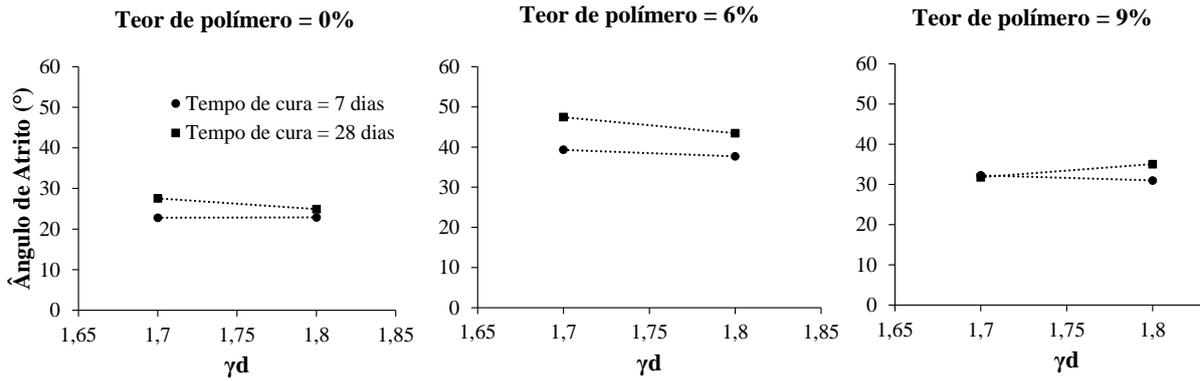
Tabela 4.13. Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RPC.

1,7 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,7_7D	18,5	22,8
RO_1,7_28D	19,1	22,4
RPC_1,7_40_7D	23,7	39,3
RPC_1,7_40_28D	16,5	47,4
RPC_1,7_60_7D	25	32,3
RPC_1,7_60_28D	23	31,8
1,8 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,8_7D	29	22,8
RO_1,8_28D	28	24,4
RPC_1,8_40_7D	60	37,7
RPC_1,8_40_28D	64	43,4
RPC_1,8_60_7D	90	31,0
RPC_1,8_60_28D	82	35,1

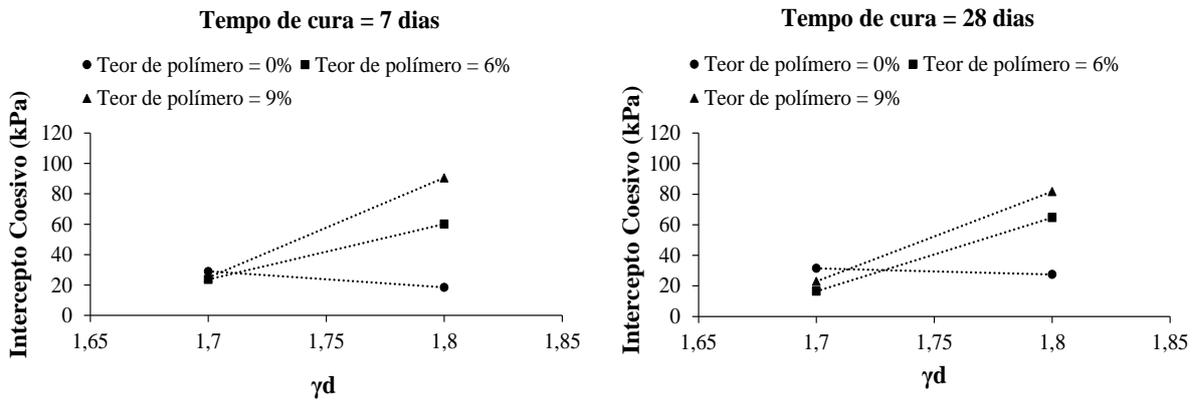
Uma análise mais detalhada dos fatores controláveis é apresentada na Fig. 4.45. Por ela é possível perceber claramente que o tempo de cura, a massa específica e o teor polimérico não foram significativos para os parâmetros de resistência ao cisalhamento.



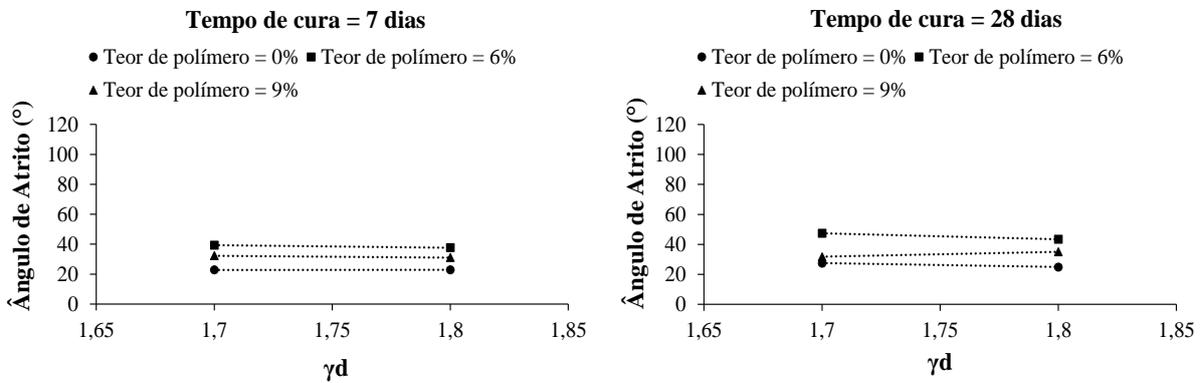
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.45. Interação dos fatores controláveis com as variáveis resposta. (a) interação tempo de cura com a massa específica com relação ao intercepto coesivo; (b) interação tempo de cura com massa específica em relação ao ângulo de atrito; (c) interação teor de polímero e massa específica com relação ao intercepto coesivo; (d) interação teor de polímero e massa específica com relação ao ângulo de atrito.

#### 4.2.2.3. Resultados para os Compósitos Rejeito-Polímero-Fibra (RPF)

Os compósitos RPF também foram submetidos ao ensaio de cisalhamento direto e os resultados são apresentados nas Fig. 4.46, Fig. 4.47, Fig. 4.48 e Fig. 4.49 para as soluções de 40% e 60%. Para o menor teor polímero, observa-se que para a massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup> há um pico de ruptura definido, enquanto que para a menor massa não há. Neste mesmo teor o tempo de cura traz um efeito positivo para a resistência ao cisalhamento para ambas as estruturas.

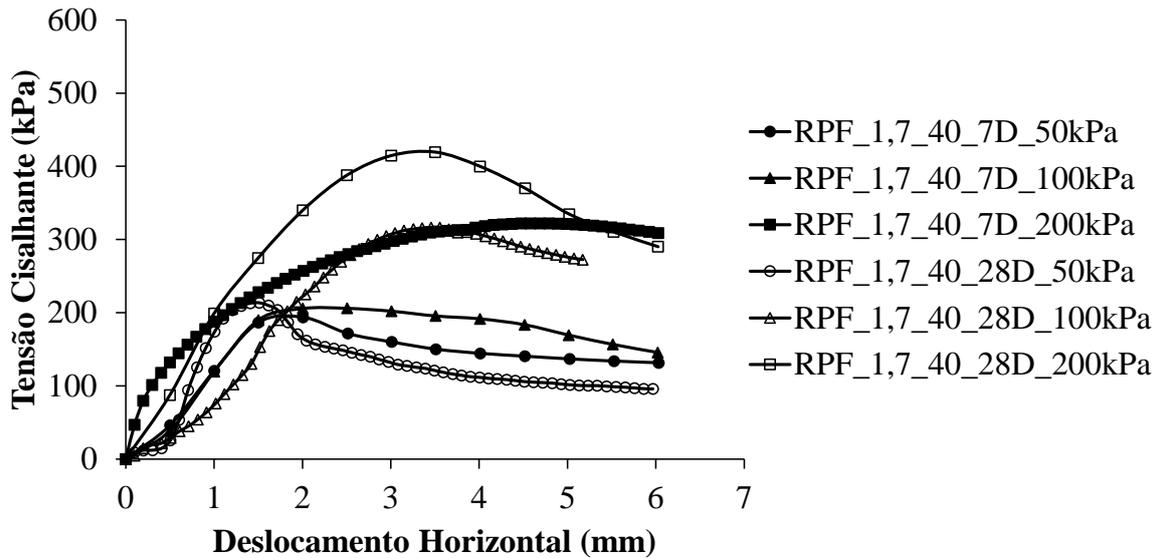


Figura 4.46. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF\_1,7\_40.

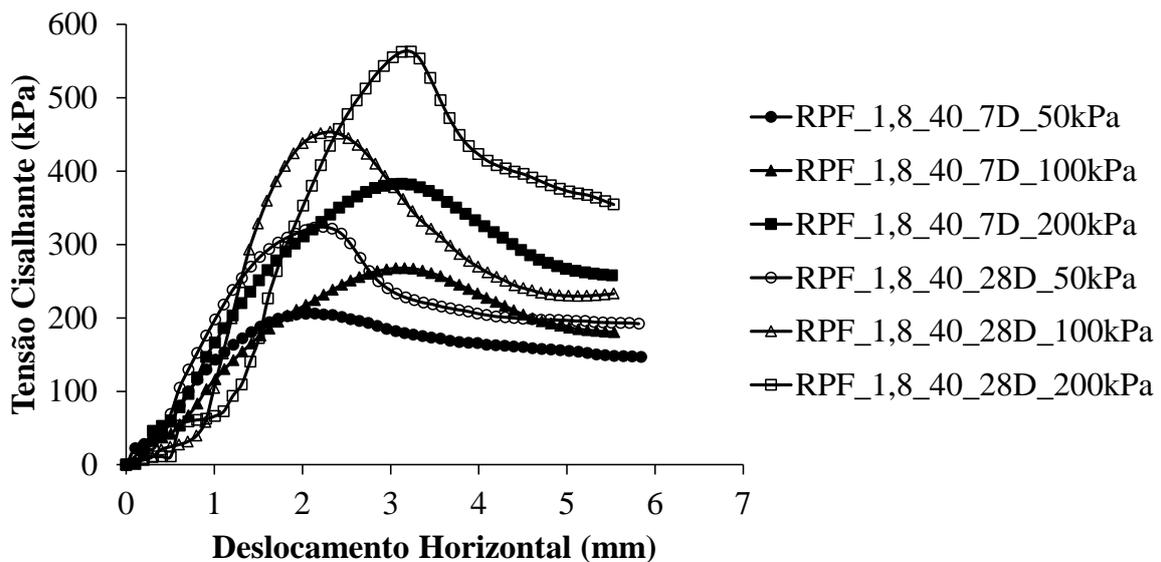


Figura 4.47. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF\_1,8\_40.

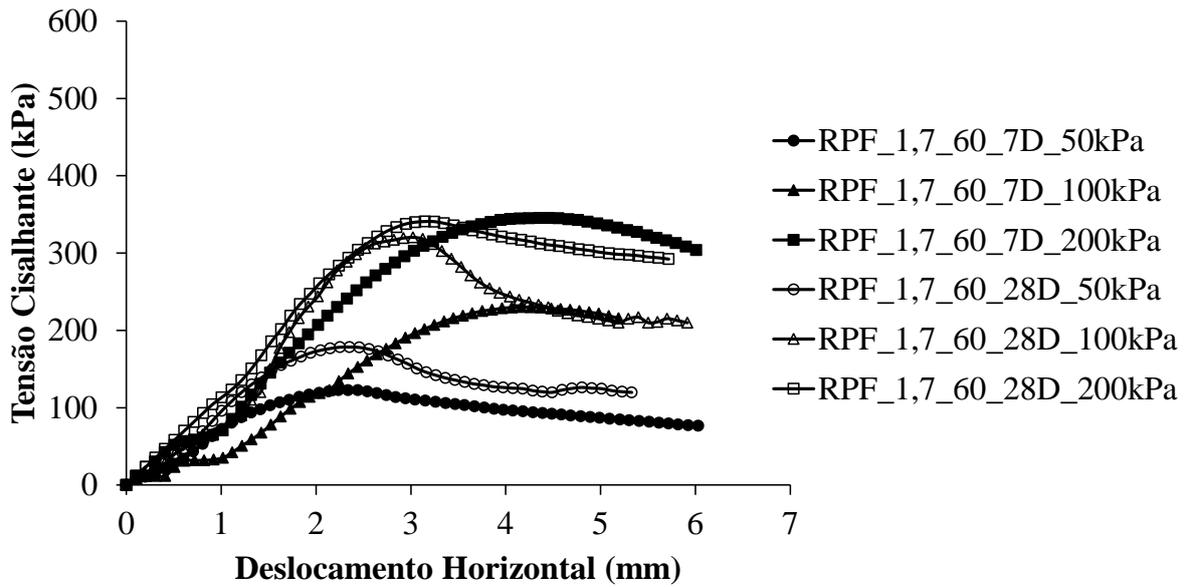


Figura 4.48. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF\_1,7\_60.

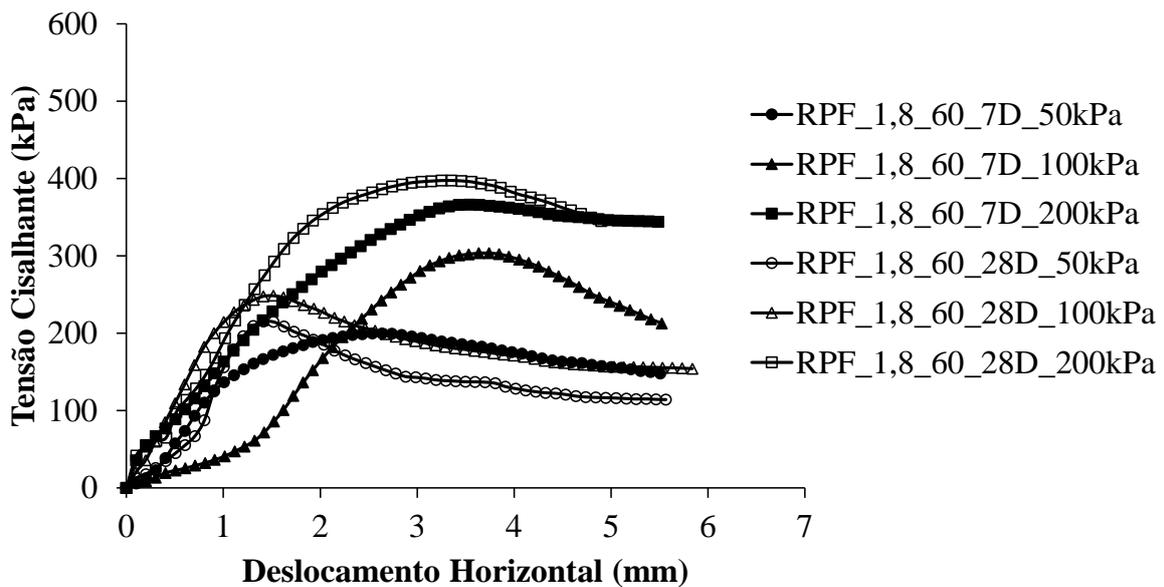


Figura 4.49. Curva tensão cisalhante pelo deslocamento horizontal para RPF\_1,8\_60.

Já para a solução de 60%, o tempo de cura não parece ser significativo para o aumento da resistência. Como as fibras são inclusões físicas realizadas nos compósitos que levam a um aumento da porosidade, comprovado pela análise microestrutural, pode-se dizer que a estrutura formada neste teor polimérico não permitiu a aproximação entre as partículas e a atuação do polímero.

Na Fig. 4.50 e Fig. 4.51 são apresentadas as envoltórias de ruptura e na Tab. 4.14 os resultados dos parâmetros de resistência para os compósitos RPF. Optou-se por não inserir as linhas de tendências entre os pontos na envoltória, pois será avaliado o comportamento da envoltória e a obtenção dos parâmetros de resistência por meio do modelo de Zornberg (2002).

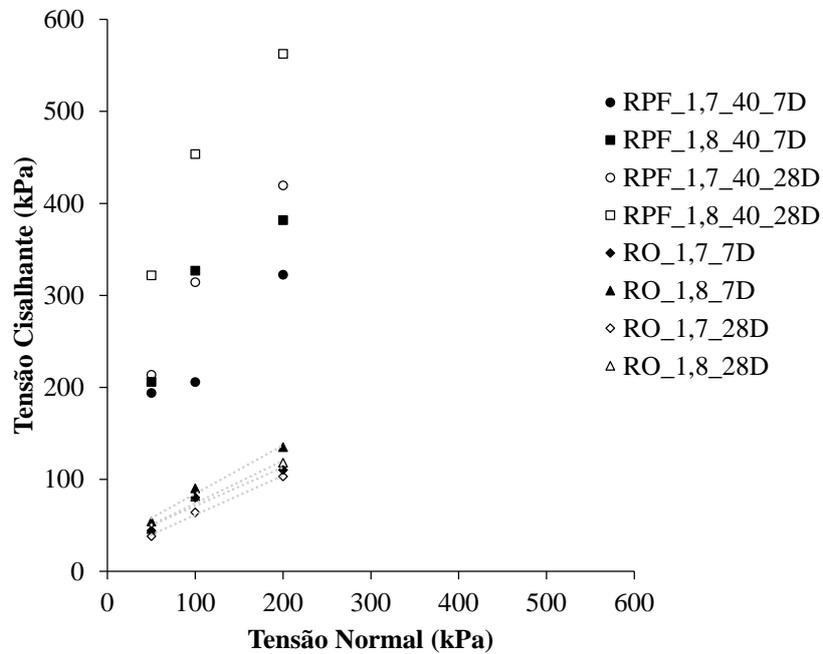


Figura 4.50. Envoltória de ruptura para os compósitos RPF\_40.

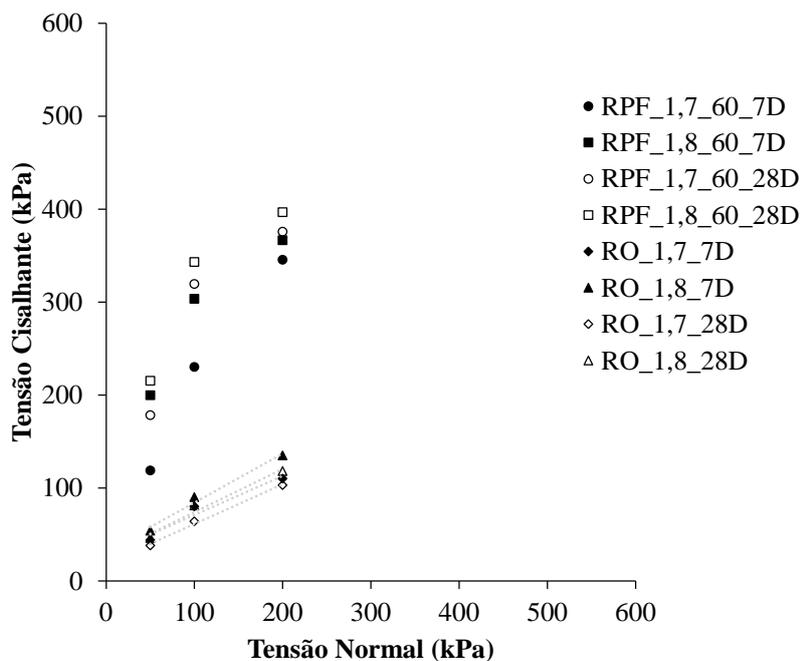


Figura 4.51. Envoltória de ruptura para os compósitos RPF\_60.

Tabela 4.14 Resumo dos interceptos coesivos e ângulos de atritos determinados para o compósito RPF.

1,7 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,7_7D	18	22,8
RO_1,7_28D	19	22,4
RPF_1,7_40_7D	148	40,9
RPF_1,7_40_28D	161	53,0
RPF_1,7_60_7D	125	55,0
RPF_1,7_60_28D	150	50,4
1,8 g/cm <sup>3</sup>		
Compósito	Intercepto Coesivo (kPa)	Ângulo de Atrito (°)
RO_1,8_7D	29	22,9
RO_1,8_28D	28	24,4
RPF_1,8_40_7D	178	47,3
RPF_1,8_40_28D	267	56,8
RPF_1,8_60_7D	168	46,2
RPF_1,8_60_28D	188	48,1

Para melhor analisar a influência de cada um dos fatores controláveis verificou-se graficamente a interação entre eles. Na Fig. 4.52 é apresentada a interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao intercepto coesivo. Observa-se que os maiores valores são obtidos para o teor polimérico de 6%, sendo que para o teor 9% as variáveis tempo de cura e massa específica não parecem ser significativas.

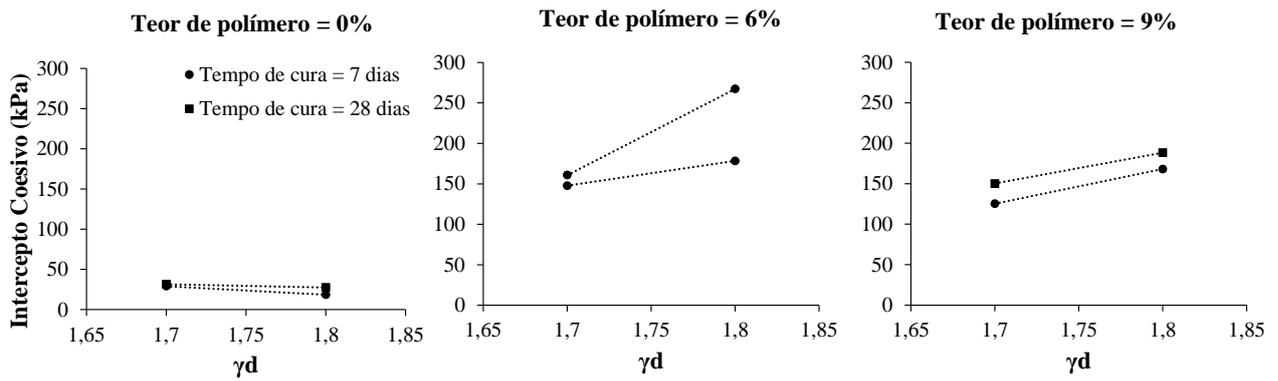


Figura 4.52. Interação entre o teor de polímero e a massa específica com relação ao intercepto coesivo.

Fazendo a mesma interação, porém avaliando o ângulo de atrito na Fig. 4.53, constata-se que o maior valor de  $56,83^\circ$  é obtido para o teor polimérico de 6% aos 28 dias. Neste caso, há um aumento apenas de  $3^\circ$  com relação a massa específica de  $1,7 \text{ g/cm}^3$  para o mesmo tempo de cura. Essa é uma observação interessante pois no caso da coesão para esses mesmos pontos o aumento é de 106,36 kPa.

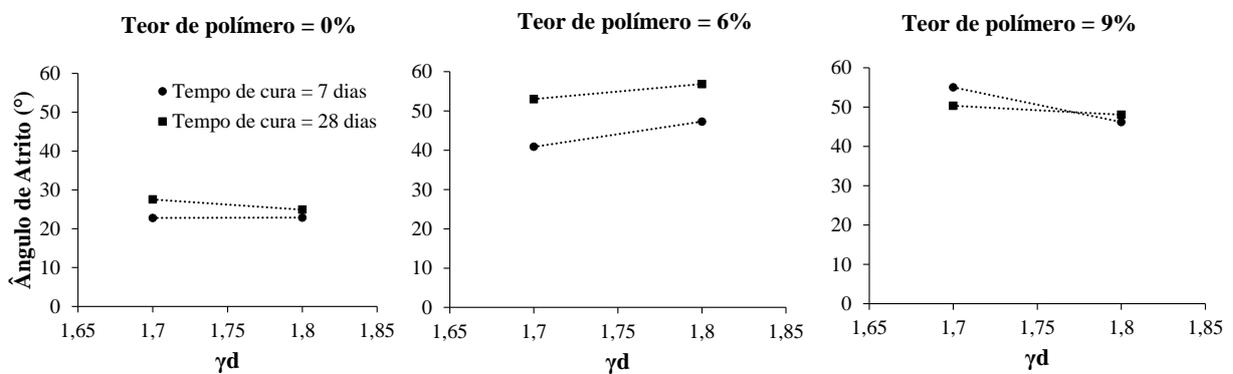


Figura 4.53. Interação entre o teor de polímero e a massa específica com relação ao ângulo de atrito.

Na Fig. 4.54 é apresentada a interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao intercepto coesivo. Observa-se que para a cura de 7 dias o teor polimérico de 6% apresenta valores de ângulo de atrito mais elevados, em aproximadamente 10 kPa. Já aos 28 dias o teor de polimérico de 6% é responsável pelo maior valor, sendo de 267,22 kPa.

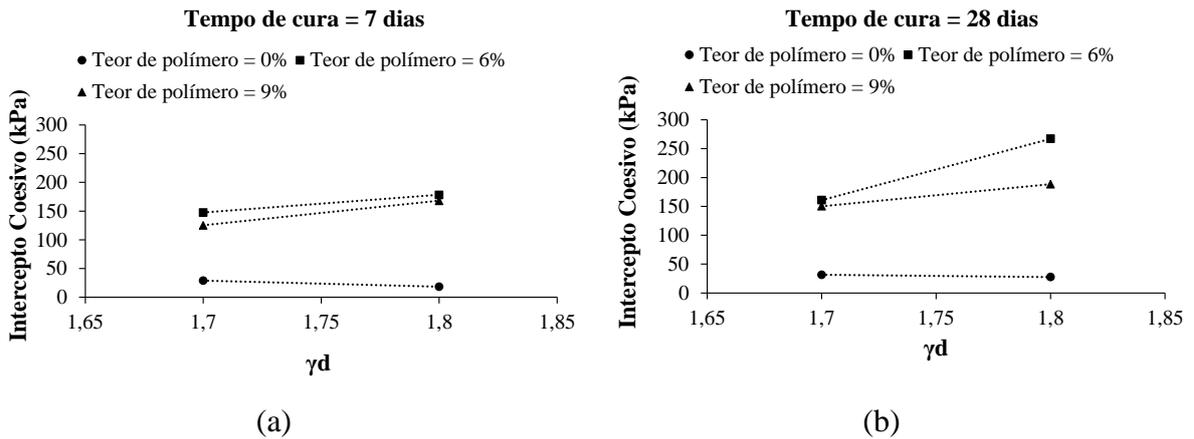


Figura 4.54. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao intercepto coesivo. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.

Já com relação ao ângulo de atrito, conforme Fig. 4.55, os teores poliméricos de 6% e 9% apresentam resultados próximos tanto em 7 quanto em 28 dias de cura. O valor mais alto obtido foi de 56,83° para 1,8 g/cm<sup>3</sup>, aos 28 dias para o teor de 6%.

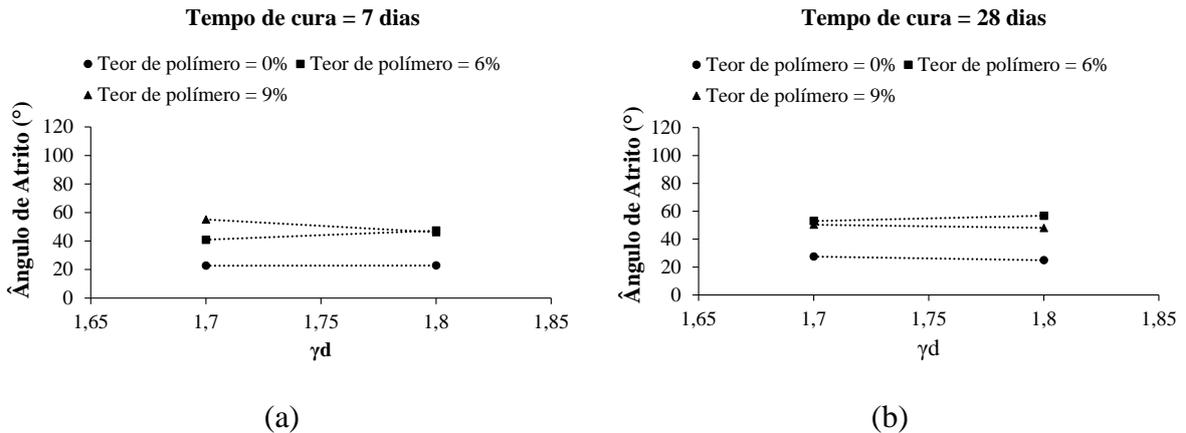


Figura 4.55. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.

Por fim, avaliou-se a interação entre o teor de polímero e os parâmetros de resistência. Na Fig. 4.56 são apresentados os resultados com relação ao ângulo de atrito e na Fig. 4.57 relativos ao intercepto coesivo.

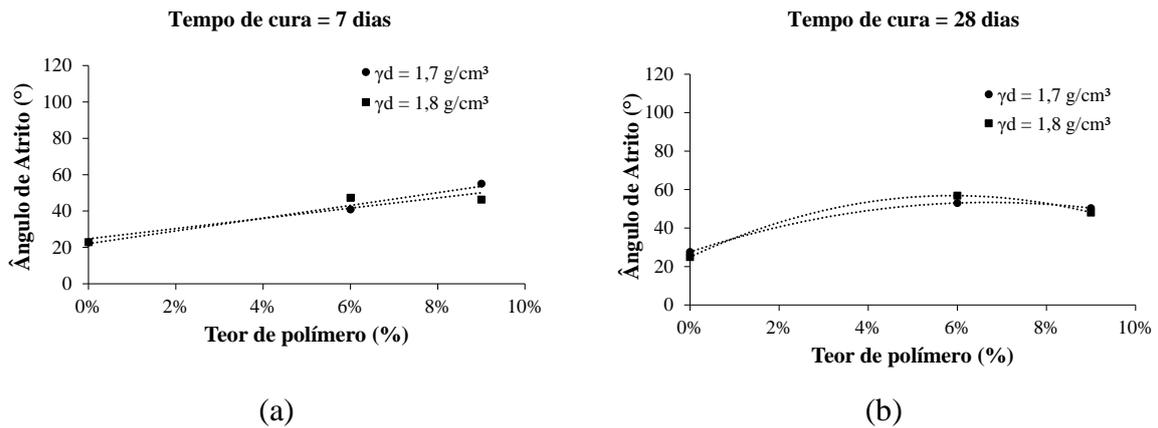


Figura 4.56. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.

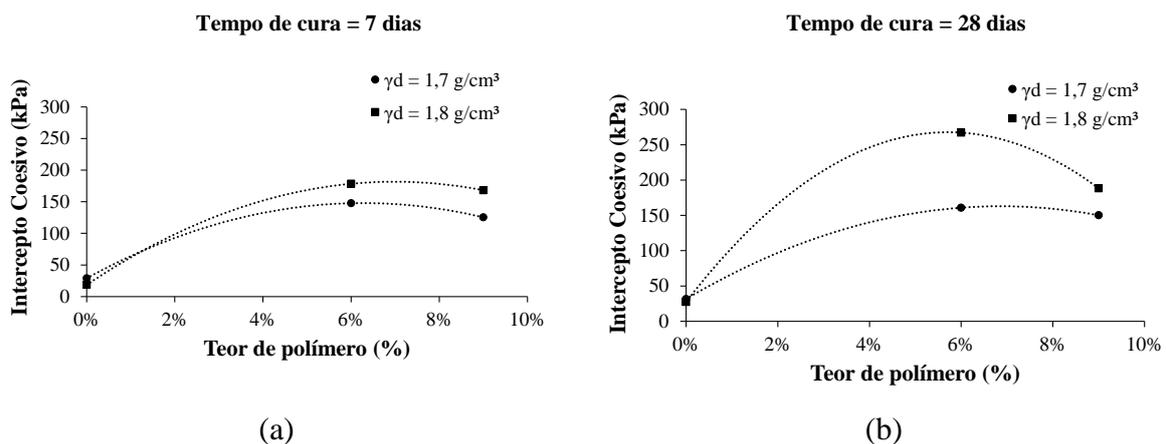


Figura 4.57. Interação entre o tempo de cura e a massa específica com relação ao ângulo de atrito. (a) tempo de cura de 7 dias; (b) tempo de cura de 28 dias.

Por estes resultados, é possível verificar algumas conclusões já conhecidas no estudo dos materiais reforçados com fibras, sendo elas: (i) a distribuição aleatória das fibras promove uma resistência isotrópica nos compósitos; (ii) há um aumento na resistência ao cisalhamento equivalente do compósito; (iii) as envoltórias de resistência apresentam um comportamento bilinear para diferentes níveis de tensões (Zornberg, 2002; Sotomayor *et al.*, 2020).

A metodologia apresentada por Zornberg (2002) propõe que os materiais reforçados com fibras não sejam tratados como compósitos. A proposta é que as fibras sejam avaliadas como elementos discretos, e dessa forma, possam ser analisados separadamente eliminando a necessidade de ensaios nos compósitos.

Neste sentido, será avaliado aqui a efetividade da metodologia proposta pelo autor para o material desta tese. Isto porque a partir da validação da metodologia é possível eliminar a necessidade de realizar ensaios para previsão dos parâmetros mecânicos.

É importante destacar que o autor propõe essa metodologia para solos reforçados. No caso deste trabalho, o reforço está sendo feito em um rejeito estabilizado com polímero. Por isso, os parâmetros da matriz serão aqueles obtidos para os compósitos RP para ambos os teores.

Primeiramente é feito o cálculo da tensão normal crítica que define se a ruptura se dará pelo arrancamento das fibras ou pela ruptura a tração delas, já apresentada na revisão bibliográfica desta tese, sendo:

$$\sigma_{n,crit} = \frac{\sigma_{f,ult} - \eta' c_{i,c} c}{\eta' c_{i,\phi} \tan\phi} \quad 4.1$$

Para  $c_{i,\phi}$ , que é a razão entre tangentes dos ângulos de atrito rejeito-fibra e rejeito-polímero, adotou-se um valor igual a um já que: (i) o rejeito apresenta granulometria uniforme, o que dificulta a ancoragem; (ii) o polímero tem potencial aniônico, assim como as fibras, gerando repulsão. Segundo Zornberg (2002), considerações conservadoras podem ser aplicadas a metodologia visando a segurança.

A resistência à tração última  $\sigma_{f,ult}$  é o valor fornecido pelo fabricante, de 300 MPa; a razão entre o comprimento e o diâmetro da fibra ( $\eta'$ ) é conhecida e tem valor de 1086,96; a razão entre a adesão entre matriz e fibra e a coesão do rejeito  $c_{i,c}$  foi calibrada para cada um dos compósitos já que não se conhecia a adesão entre o rejeito-fibra. Obteve-se na calibração que a coesão entre rejeito-fibra é 20% da coesão do rejeito para a massa específica de 1,7 g/cm<sup>3</sup> e de 30% para a massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup>.

Para os valores de coesão e ângulo de atrito foram utilizados os obtidos para o compósito RP, uma vez que se considera que o reforço foi feito na matriz RP. Na Tabela 4.15 são apresentados os resultados da  $\sigma_{n,crit}$  para as amostras dos compósitos.

Tabela 4.15. Resultados da tensão normal crítica para as amostras reforçadas.

Grupo de amostras	$\sigma_{n,crit}$ (kPa)
RPF_1.7_40_7D	5266,12
RPF_1.8_40_7D	5266,03
RPF_1.7_40_28D	5265,83
RPF_1.8_40_28D	5265,76
RPF_1.7_60_7D	5266,15
RPF_1.8_60_7D	5265,94
RPF_1.7_60_28D	5266,09
RPF_1.8_60_28D	5265,97

Como a tensão normal crítica é maior que as tensões normais para todos os casos, o mecanismo de ruptura se dará por arrancamento das fibras. Nesse caso, a resistência equivalente do compósito é dada por:

$$S_{eq,p} = c_{eq,p} + \tan\phi_{eq,p} \sigma_n \quad 4.2$$

Onde  $S_{eq,p}$  é a resistência ao cisalhamento equivalente da mistura no caso da ruptura por ancoragem das fibras;  $c_{eq,p}$  a coesão equivalente da mistura descrito pela Eq.4.3 e  $\tan\phi_{eq,p}$  a tangente do ângulo de atrito equivalente da mistura, conforme:

$$c_{eq,p} = (1 + \alpha \eta \chi c_{i,c}) c \quad 4.3$$

$$\tan\phi_{eq,p} = (1 + \alpha \eta \chi c_{i,\phi}) \tan\phi \quad 4.4$$

Para determinar os valores equivalentes  $\alpha$  foi fixado como 1 para fibras distribuídas aleatoriamente na massa de solo; e  $\chi$  o teor volumétrico de fibras na mistura, que é de 0,5%. Porém é preciso lembrar que a coesão equivalente no caso deste trabalho conta também com a contribuição do efeito do polímero. Por isso, o cálculo continua considerando a coesão e o ângulo de atrito obtidos para os compósitos RP.

Os resultados para a coesão e ângulo de atrito equivalentes são apresentados na Tab. 4.16 em comparação com os valores experimentais ( $c_{exp}$ ,  $\tan\phi_{exp}$ ). Em geral, os resultados numéricos são superiores aos obtidos experimentalmente, porém com boa aproximação.

Tabela 4.16. Resultados da tensão normal crítica para as amostras reforçadas.

Grupo de amostras	$c_{eq,p}$ (kPa)	$c_{exp}$ (kPa)	$\tan\phi_{eq,p}$ (°)	$\tan\phi_{exp}$ (°)
RPF_1,7_40_7D	151,30	147,67	42,80	40,88
RPF_1,8_40_7D	168,35	178,4	49,22	47,29
RPF_1,7_40_28D	189,83	160,86	46,30	53,00
RPF_1,8_40_28D	265,02	267,22	51,70	56,83
RPF_1,7_60_7D	133,54	125,31	38,77	55,06
RPF_1,8_60_7D	211,49	168,12	52,49	46,22
RPF_1,7_60_28D	139,44	150,22	51,38	50,36
RPF_1,8_60_28D	231,03	188,36	54,48	48,08

Esses resultados mostram que a magnitude da tensão cisalhante do compósito RPF poderá ser estimada em função apenas do compósito RP. Isto é, os parâmetros de resistência podem ser obtidos sem a condução de ensaios nos compósitos reforçados.

#### 4.2.2.4. Conclusões sobre o comportamento mecânico dos compósitos

A análise mecânica avaliou o comportamento de três tipos de compósitos: RP, RPC e RPF. Primeiramente investigou-se o efeito da estabilização polimérica no primeiro compósito, e depois adotou-se como matriz o conjunto rejeito-polímero para estabilização com cal e, no último caso, reforço com fibras poliméricas. Na Fig. 4.58 e Fig. 4.59 são apresentadas as comparações dos compósitos com relação a massa específica.

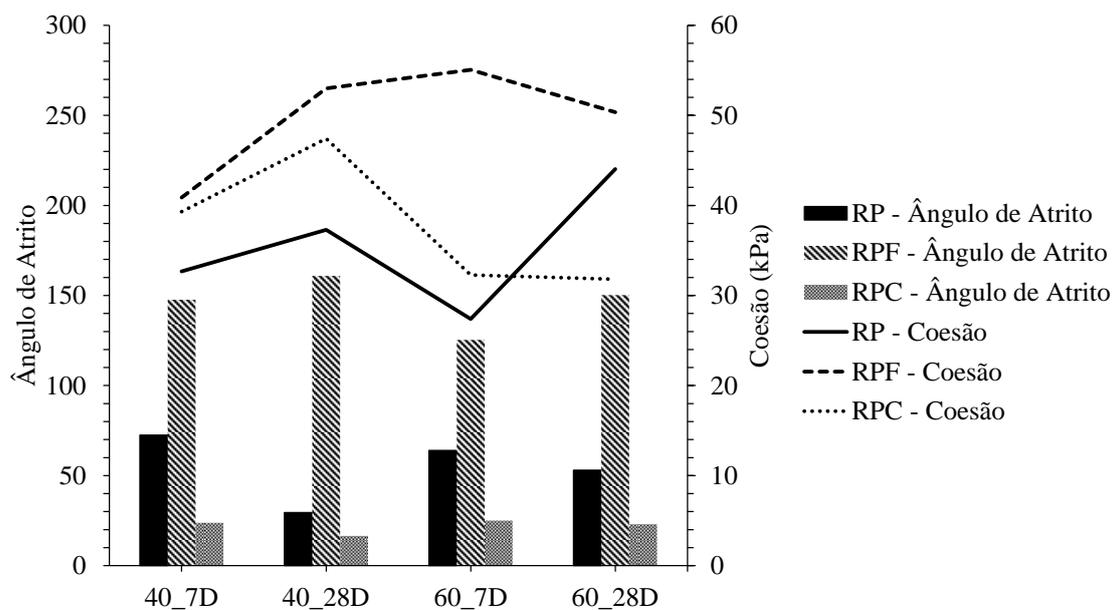


Figura 4.58. Comparação dos parâmetros de coesão e ângulo de atrito para massa específica de 1,7 g/cm³.

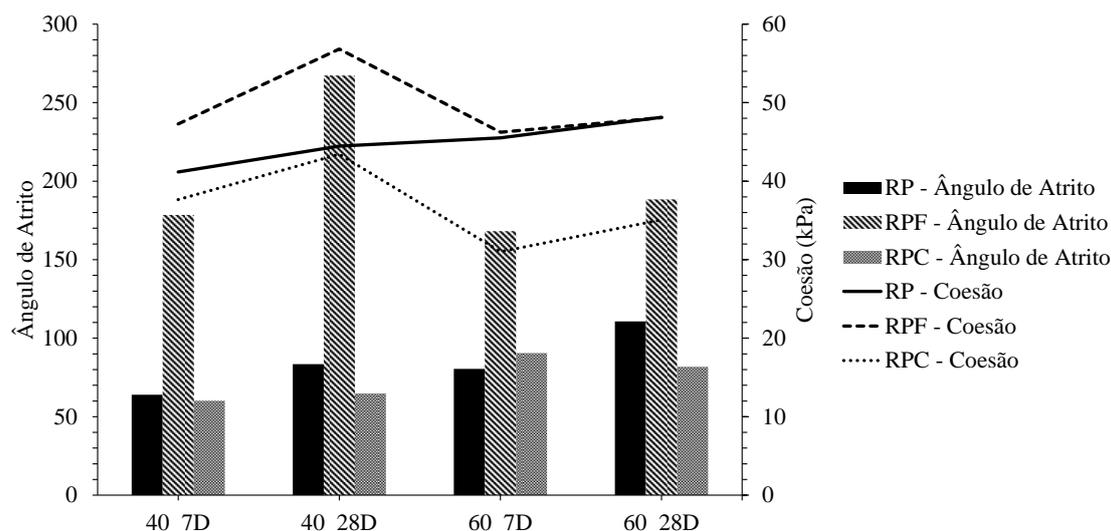


Figura 4.59. Comparação dos parâmetros de coesão e ângulo de atrito para massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup>.

Quando é feita a comparação entre o compósito RP e o RPC observa-se que o desempenho do primeiro é superior ao do segundo. Sabendo que as variáveis de controle foram mantidas constantes e a diferença estar apenas na inserção da cal, devem existir efeitos relacionados a este material que impactam na resistência mecânica.

Neste sentido, vale a pena explorar três hipóteses: (i) a reação exotérmica de desidratação leva a uma elevação da temperatura da mistura fazendo com que o polímero altere suas propriedades como ligante; (ii) o material tem baixa Capacidade de Troca Catiônica (CTC); (iii) os fenômenos interfaciais predominantes são de repulsão devido a alteração do pH do compósito causado pela cal hidratada que modifica o potencial zeta na superfície do mineral.

É interessante observar que a primeira hipótese advém também da sensibilidade obtida durante os experimentos. Inicialmente foi feita a mistura rejeito e cal na qual não foi percebida nenhuma alteração a olho nu. Com a inserção da solução polimérica houve uma alteração clara da temperatura da mistura associada a liberação de um odor antes não percebido.

Esse aumento da temperatura levou a uma diminuição da umidade da mistura percebida também pelo sistema de controle Arduino. Do ponto de vista químico, constata-se que houve consumo da água da solução para a reação de desidratação. Para corrigir essa situação, foram feitos testes de calibração (obtenção da umidade pelo método da estufa) para identificar o teor de solução

que deveria ser inserido para obter umidade definida nesta pesquisa, conforme recomendado por alguns autores (Rogers & Glendinning, 1996).

Dessa maneira, eliminou-se o componente de perda de água. Contudo, a elevação brusca da temperatura ainda contribuiu com deterioração do polímero conforme mostram os resultados mecânicos. Esse efeito também foi constatado pelas análises térmicas, apresentadas nos próximos itens, nas quais observa-se que em temperaturas inferiores a 100°C o polímero inicia a transição vítrea. Devido a isso, o polímero alterou seu estado físico antes da compactação, diminuindo o efeito “ligante” entre as partículas.

Com relação a segunda hipótese relacionada a baixa CTC, ela pode ser inferida pelos resultados inferiores de RCS e também pela redução do ângulo de atrito. Conforme abordado por Rogers & Glendinning (1996) espera-se que um material argiloso estabilizado com cal tenha um aumento no ângulo de atrito e na resistência ao cisalhamento. Isto porque há uma alteração textural de argila plástica para um material mais granular e frágil. Contudo, essa expectativa é válida para solos argilosos e não deve ser extrapolada para o rejeito aqui estudado que, apesar da granulometria fina, já apresentava em estado puro comportamento frágil e granular.

Neste mesmo sentido, Yu *et al.* (2014) destaca que o efeito positivo da estabilização na resistência mecânica pode estar mais relacionado ao nível da CTC do que das propriedades físicas do solo, sendo que uma baixa CTC leva a menores resultados de resistência mecânica. Do ponto de vista mineralógico, o rejeito puro pode ser de baixa CTC já que possui caulinita e óxidos de Al, que são componentes de nula ou baixa contribuição para a CTC. Os resultados da mineralogia são apresentados neste capítulo pelo ensaio de DRX.

A última hipótese apresentada aqui diz que as forças interfaciais predominantes são de repulsão entre o polímero e o rejeito devido a alteração do pH causada pela cal, que muda o potencial zeta dos elementos. Essa repulsão impede a adsorção do polímero na interface do mineral e, assim, anula o efeito coesivo provocado pela estabilização.

Conforme será apresentado nos resultados de DRX, a maioria da composição mineralógica do rejeito é formada por quartzo. Este mineral geralmente é carregado negativamente nos solos argilosos tropicais que possuem um pH em torno de 5. Contudo, devido a etapa de flotação que esses minerais foram submetidos, o coletor aniônico inserido pode ter alterado a distribuição de cargas desses elementos, deixando-os com uma maior quantidade de cargas positivas.

Isso parece ser verdade já que na mistura rejeito-polímero o pH encontrado foi menor que sete, ou seja, existia uma maior concentração de  $H^+$  na mistura. Isso fazia com que o polímero, de caráter aniônico, fosse atraído pelas partículas de caráter catiônico.

Ao inserir a cal e gerar uma alteração do pH (brusca, conforme apresentado nos resultados químicos), há uma alteração de toda a distribuição de cargas na superfície dos minerais, especialmente do quartzo, para um potencial zeta negativo. Fazendo assim com que tanto os minerais quanto o polímero tivessem caráter aniônico.

Essa é uma hipótese interessante pois corrobora com as informações do fabricante em campo, que atualmente utiliza a cal em conjunto com o polímero para os solos argilosos. Em geral, os solos argilosos apresentam um perfil aniônico devido seus minerais. Com a inserção da cal, eles passam a ter um perfil catiônico que então faz com que haja uma melhor atração com o polímero. No caso desta tese, a grande diferença dos solos argilosos para os rejeitos está na etapa de floculação a que estes últimos foram submetidos, e então, sua configuração iônica foi alterada.

Com relação ao compósito RPF, constatou-se que há um aumento do comportamento dúctil em relação ao compósito RP. Este comportamento é beneficiado por uma estrutura mais compacta, de maior massa específica. Contudo, é importante destacar que já foi observado por outros autores que há uma rigidez máxima para que as fibras possam ser mobilizadas (Oliveira *et al.*, 2018). Mas o material aqui estudado não atinge esse valor máximo de rigidez, e por isso a aplicação do reforço é traz benefícios do ponto de vista da resistência mecânica.

#### **4.2.3. SUCCÃO TOTAL**

Os resultados da sucção total medido no ensaio para as amostras de rejeito puro, para a solução de 40% (RP\_1,8\_40) e para a de 60% (RP\_1,8\_60) são apresentados na Fig. 4.60. Nas primeiras 10 horas as medições foram feitas a cada 10 minutos para que fosse possível ter uma boa descrição de um trecho da curva característica. Após a verificação da estabilização, as medições ocorreram semanalmente.

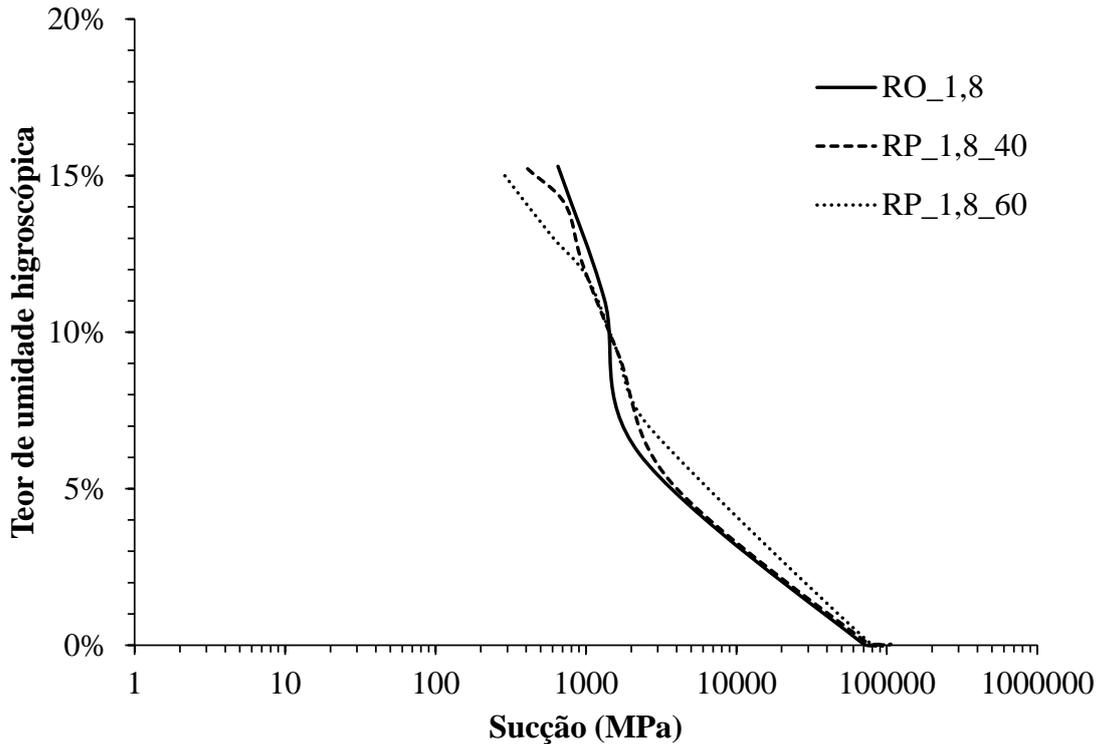


Figura 4.60. Curva característica dos compósitos.

A partir desses resultados é possível concluir que o ganho de resistência mecânica das amostras possui duas parcelas: (i) efeito de cura do polímero e (ii) aumento da sucção matricial. Neste trabalho não foi possível avaliar a contribuição de cada uma das parcelas. Para isso, é recomendado conduzir os ensaios mecânicos em amostras saturadas ou obter medidas de sucção em cada um dos corpos ensaiados.

Inicialmente foram feitos testes para saturação dos corpos de prova por imersão para os ensaios mecânicos, porém grande parte da massa fina era perdida no meio aquoso. Essa perda ocorre devido à baixa coesão do material associada a uma sucção elevada, que faz com que a água seja atraída para o interior da amostra com uma alta energia. Essa pressão elevada gera um processo erosivo no material, removendo a parcela fina.

Como recomendação para outros trabalhos, indica-se realizar a saturação das amostras por capilaridade e o monitoramento da sucção em cada um dos corpos de prova utilizando a técnica do papel filtro. Dessa maneira, será possível avaliar a contribuição da sucção no ganho de resistência dos compósitos.

Apesar disso, o ganho de resistência associado ao efeito de cura do polímero pode ser comprovado com este ensaio. Isto porque os valores de sucção obtidos para as amostras foram próximos, o que quer dizer que há uma parcela relacionada ao ganho coesivo dado pelo polímero.

Para avaliar a condição superficial das amostras utilizadas no ensaio, foi feita a microscopia óptica das amostras. Conforme observa-se na Fig. 4.61, a amostra com menor quantidade de vazios e maior impregnação é a RP60%.

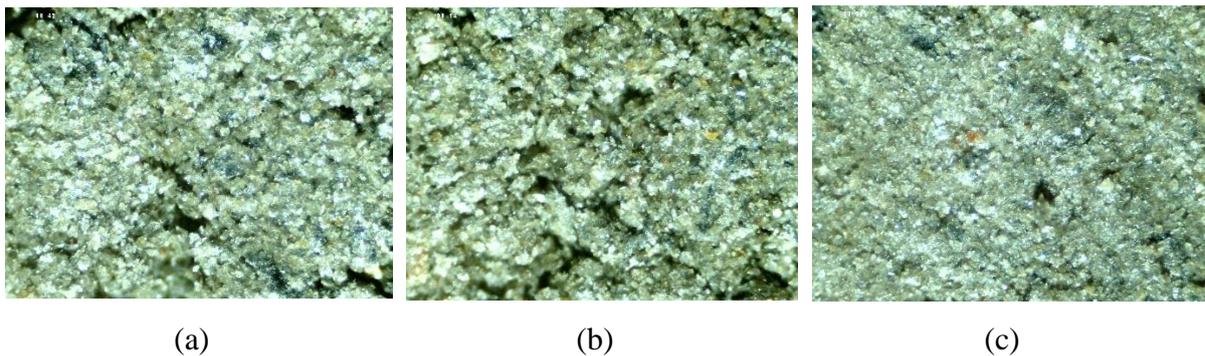


Figura 4.61. Microscopia óptica das amostras com 7 dias. (a) RO; (b) RP40%; (c) RP60%.

#### 4.2.4. ESTUDO DOS PARÂMETROS CHAVE

O estudo dos parâmetros chave foi desenvolvido sobre as amostras em estado não saturado, situação comum nas estruturas geotécnicas. Por isso a relação entre a porosidade e o teor de polímero é mais apropriado para avaliação do comportamento mecânico (Consoli *et al.*, 2007; Consoli *et al.*, 2019).

Para trabalhos futuros pode ser interessante avaliar de forma individualizada a contribuição na resistência das parcelas de água e polímero, conforme proposto por Consoli *et al.* (2009b) para solos cimentados.

Dessa maneira, para cálculo da porosidade admitiu-se a contribuição das parcelas dos estabilizantes (polímero e cal), do reforço (fibra) e do rejeito, de acordo com cada um dos compósitos. Para o primeiro compósito, rejeito-polímero, a porosidade ( $\eta$ ) foi calculada por:

$$\eta = 100 - 100 \cdot \frac{\left\{ \left[ \frac{P \cdot \gamma_d \cdot V_T}{(1 + P)} \cdot \frac{1}{d_p} \right] + \left[ \frac{\gamma_d \cdot V_T}{(1 + P)} \cdot \frac{1}{\rho_{SR}} \right] \right\}}{V_T} \quad 4.5$$

onde P é o teor polimérico na amostra;  $\gamma_d$  a massa específica da amostra;  $d_p$  a densidade do polímero;  $\rho_{SR}$  a massa específica dos grãos de rejeito;  $V_T$  o volume total da amostra.

Para os compósitos rejeito-polímero-cal é preciso considerar o teor volumétrico cal (C) e a massa específica dos grãos de cal ( $\rho_{SC}$ ), conforme:

$$\eta = 100 - 100 \cdot \frac{\left\{ \left[ \frac{P \cdot \gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + C)} \cdot \frac{1}{d_p} \right] + \left[ \frac{\gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + C)} \cdot \frac{1}{\rho_{SR}} \right] + \left[ \frac{C \cdot \gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + C)} \cdot \frac{1}{\rho_{SC}} \right] \right\}}{V_T} \quad 4.6$$

E para os compósitos rejeito-polímero-fibra a porosidade é dada como:

$$\eta = 100 - 100 \cdot \frac{\left\{ \left[ \frac{P \cdot \gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + F)} \cdot \frac{1}{d_p} \right] + \left[ \frac{\gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + F)} \cdot \frac{1}{\rho_{SR}} \right] + \left[ \frac{F \cdot \gamma_d \cdot V_T}{(1 + P + F)} \cdot \frac{1}{\rho_{SF}} \right] \right\}}{V_T} \quad 4.7$$

onde F é o teor volumétrico de fibras e  $\rho_{SF}$  a massa específica. Para avaliar a influência do teor de polímero em um único índice, foi proposto um novo índice chamado de teor volumétrico de polímero ( $P_{iv}$ ), conforme:

$$P_{iv} = \frac{V_P}{V} = \frac{m_P/d_P}{V} \quad 4.8$$

É importante ter em conta que mesmo nos compósitos RPC e RPF apenas o teor polimérico é levado em consideração do índice  $P_{iv}$ . Isso acontece porque foi o único estabilizante investigado variando os teores, ou seja, apenas para o polímero é possível afirmar a relação do teor com as variáveis de resistência.

Por esta razão, é esperado que cada um dos compósitos tenha uma curva de resistência pelo índice  $\eta/P_{iv}$  com um coeficiente do denominador distinto. Esse coeficiente foi identificado por Consoli *et al.* (2009a) como sendo único para cada tipo de material. No caso deste trabalho, para melhor explicar, é como se a matriz fosse se alterando em cada uma das misturas estabilizadas com o polímero, ou seja, a matriz rejeito, matriz rejeito-cal e matriz rejeito-fibra.

#### 4.2.4.1. Compósito Rejeito-Polímero (RP)

Os resultados dos ensaios de compressão simples para os compósitos RP são apresentados na Fig. 4.62.

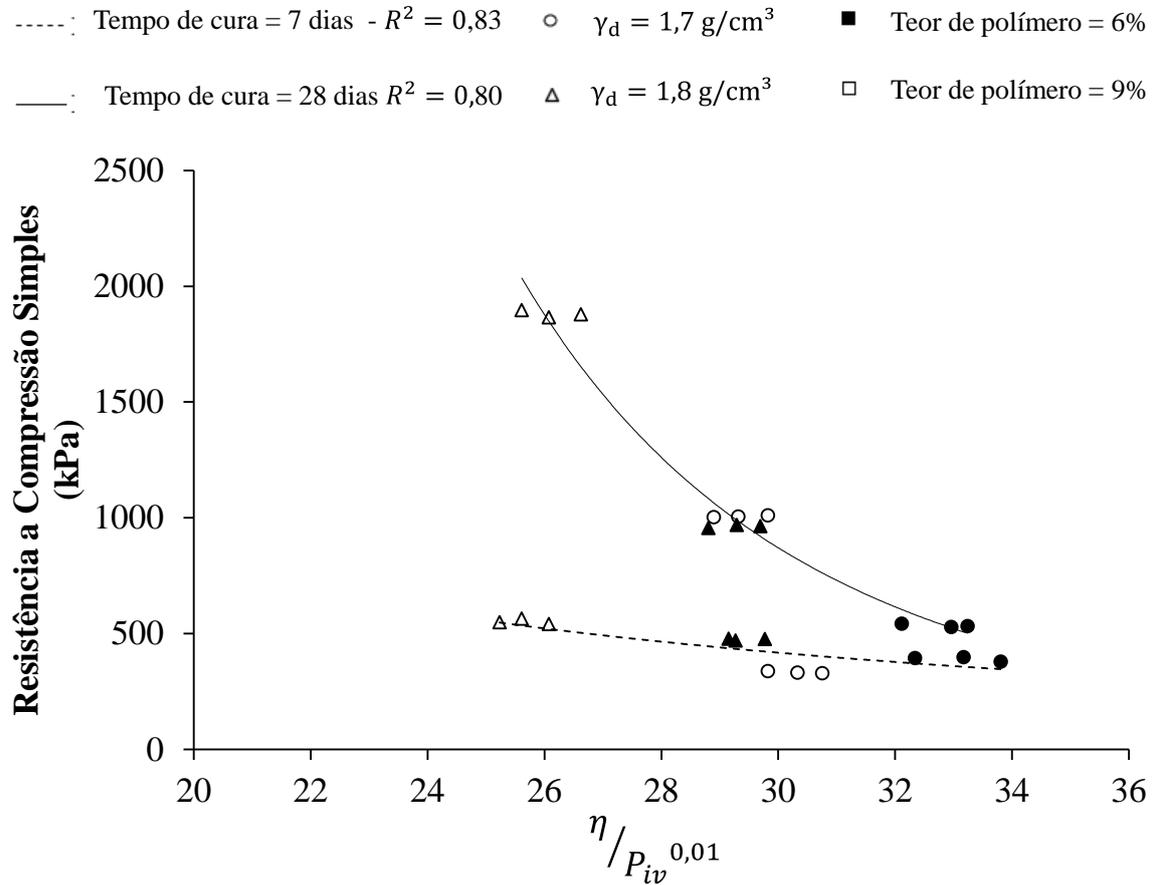


Figura 4.62. Relação da RCS com o parâmetro porosidade teor polimérico.

As relações entre os dados experimentais e o índice  $\left(\eta/P_{iv}\right)$  proposto apresentaram coeficientes de determinação ( $R^2$ ) com valores elevados, especialmente para o tempo de cura de 28 dias. Isso indica a viabilidade do uso do índice para previsão da resistência a compressão simples para os compósitos RP. As relações encontradas para o tempo de cura de 7 e 28 dias, são, respectivamente:

$$\text{RCS (kPa)}_{7 \text{ dias}}: 8,5 \cdot 10^4 \cdot \left(\eta/P_{iv,0,01}\right)^{-1,56} \quad R^2 = 0,65 \quad 4.9$$

$$\text{RCS (kPa)}_{28 \text{ dias}}: 7,4 \cdot 10^9 \cdot \left(\eta/P_{iv,0,01}\right)^{-5,37} \quad R^2 = 0,96 \quad 4.10$$

Consoli *et al.* (2018b) propõe uma correlação única para previsão do comportamento mecânico por meio da normalização dos valores de resistência a compressão simples para cada tempo de cura analisado. Desta forma, optou-se pela divisão dos resultados por um valor fixo de resistência  $\eta/P_{iv}^{0,01} = 30$ , uma vez que este é o valor central comum a ambas as curvas. Os resultados são apresentados na Fig. 4.63.

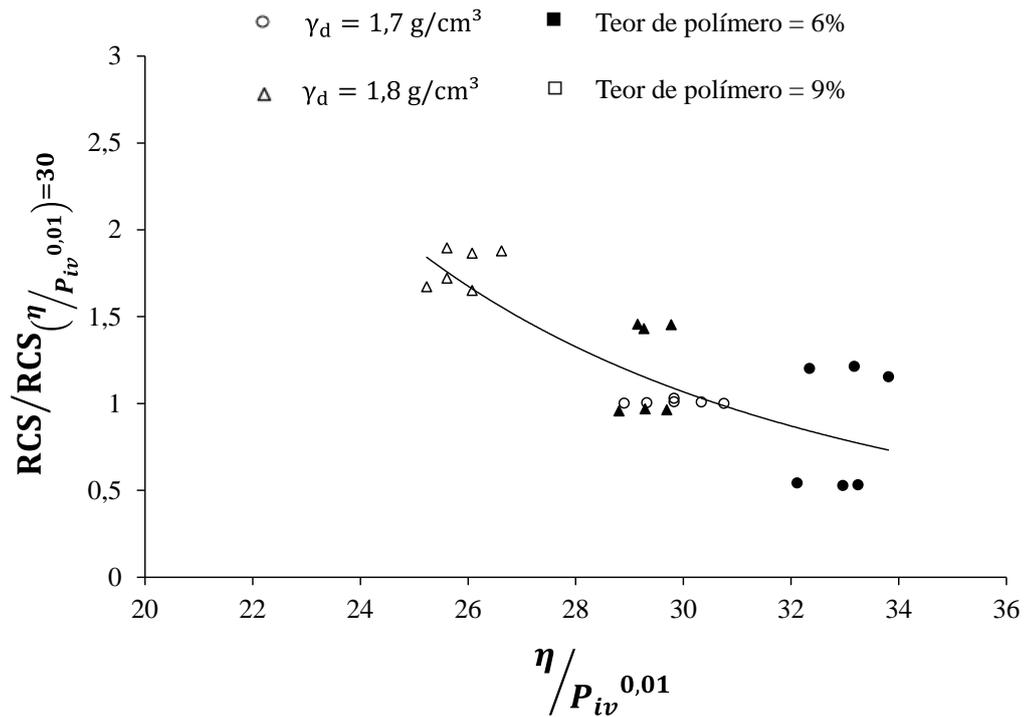


Figura 4.63. Resistência à compressão simples normalizada para ambos os tempos de cura.

Dessa forma, obteve-se uma relação única entre a resistência normalizada e o índice porosidade/teor volumétrico de polímero, independente do tempo de cura com um  $R^2$  de 0,65. A equação encontrada foi:

$$\frac{RCS}{RCS(\eta/P_{iv}^{0,01})=30} = 4,9 \cdot 10^4 \cdot (\eta/P_{iv}^{0,01})^{-3,15} \quad R^2 = 0,65 \quad 4.11$$

Com relação aos resultados do ensaio de cisalhamento direto, algumas tentativas foram feitas para avaliar a resistência ao cisalhamento por meio do índice  $\eta/P_{iv}$ . Porém, as tensões cisalhantes obtidas estão relacionadas a tensão normal aplicada, e por isso, é preciso considerar

uma variável que considere essa influência. Dessa maneira, conforme apresentado na Fig. 4.54, avaliou-se a variação do valor absoluto da diferença entre a tensão normal e a tensão cisalhante ( $\sigma - \tau$ ), para os dois períodos de cura.

-----: Tempo de cura = 7 dias -  $R^2 = 0,71$      $\circ$   $\gamma_d = 1,7 \text{ g/cm}^3$      $\blacksquare$  Teor de polímero = 6%  
 \_\_\_\_: Tempo de cura = 28 dias  $R^2 = 0,88$      $\triangle$   $\gamma_d = 1,8 \text{ g/cm}^3$      $\square$  Teor de polímero = 8%

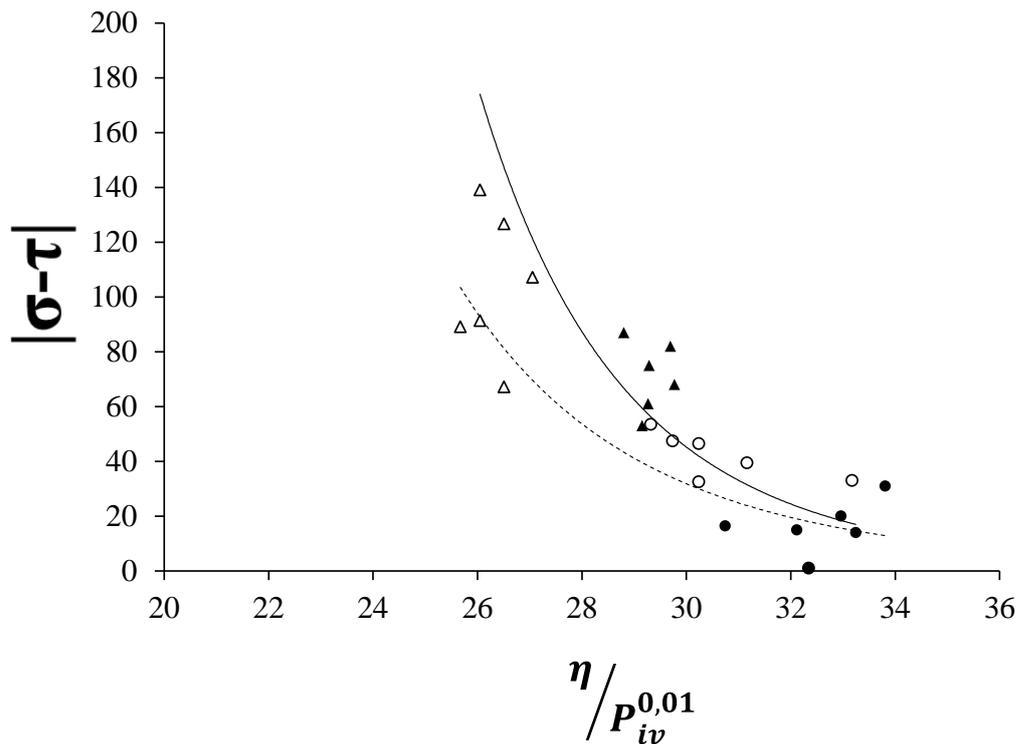


Figura 4.64. Relação entre o índice porosidade/teor polimérico pelo valor absoluto das tensões normais e cisalhantes.

Conforme observado, considerando o mesmo expoente de 0,01 para o teor volumétrico, há uma boa representatividade dos valores aos 28 dias. A relação obtida é para os dois dias de cura é apresentada como:

$$\text{RCS (kPa)}_{7 \text{ dias}} = 5 \cdot 10^{12} \cdot \left( \frac{\eta}{P_{iv}^{0,01}} \right)^{-7,57} \quad R^2 = 0,71 \quad 4.12$$

$$\text{RCS (kPa)}_{28 \text{ dias}} = 6 \cdot 10^{15} \cdot \left( \frac{\eta}{P_{iv}^{0,01}} \right)^{-9,54} \quad R^2 = 0,88 \quad 4.13$$

Fazendo a normalização dos valores para  $\eta/P_{iv}^{0,01} = 26$ , ponto comum as duas curvas, obtém-se a relação única apresentada na Fig. 4.65, cuja melhor relação se dá por uma função polinomial, conforme:

$$|\sigma - \tau|/|\sigma - \tau|_{\left(\eta/P_{iv}^{0,01}\right)=26} = 0,007 \cdot \left(\eta/P_{iv}^{0,01}\right)^2 - 0,51 \cdot \left(\eta/P_{iv}^{0,01}\right) + 9,5 \quad R^2 = 0,80 \quad 4.14$$

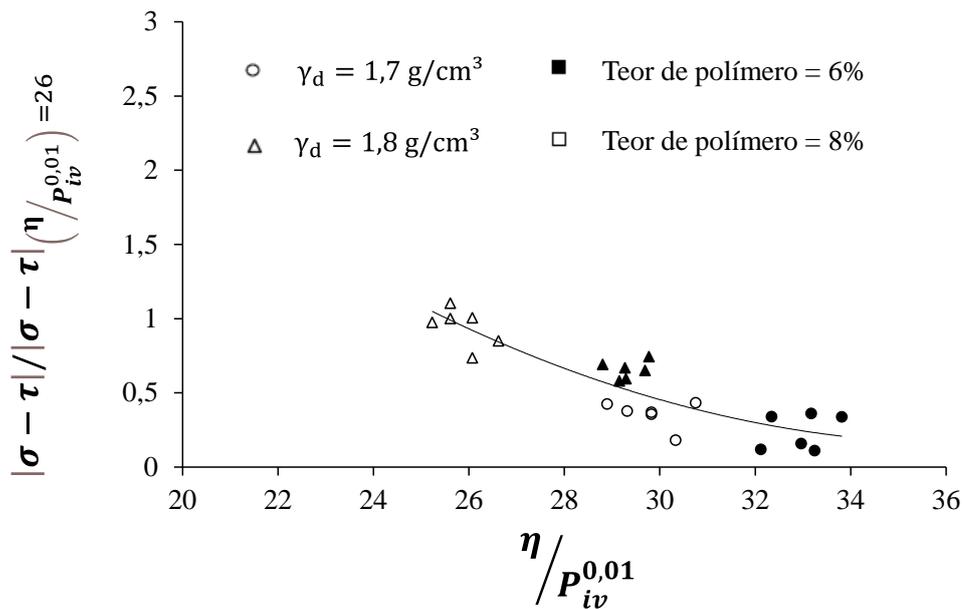


Figura 4.65. Relação entre o índice porosidade/teor polimérico pelo valor absoluto das tensões normais e cisalhantes normalizado.

#### 4.2.4.2. Compósito Rejeito-Polímero-Cal (RPC)

Para o compósito RPC é preciso pesquisar outra curva chave pois trata-se de um material distinto. Isto porque, além do explicado anteriormente, a cal reage com o polímero e com o rejeito, alterando propriedades deles. Neste sentido, é plausível esperar que o coeficiente para a relação  $\eta/P_{iv}$  seja diferente. Assim, na Fig. 4.66 são apresentados os valores de compressão simples para ambos os períodos de cura pelo indicador proposto.

-----: Tempo de cura = 7 dias -  $R^2 = 0,91$      $\circ$   $\gamma_d = 1,7 \text{ g/cm}^3$      $\blacksquare$  Teor de polímero = 6%  
 ———: Tempo de cura = 28 dias  $R^2 = 0,51$      $\triangle$   $\gamma_d = 1,8 \text{ g/cm}^3$      $\square$  Teor de polímero = 8%

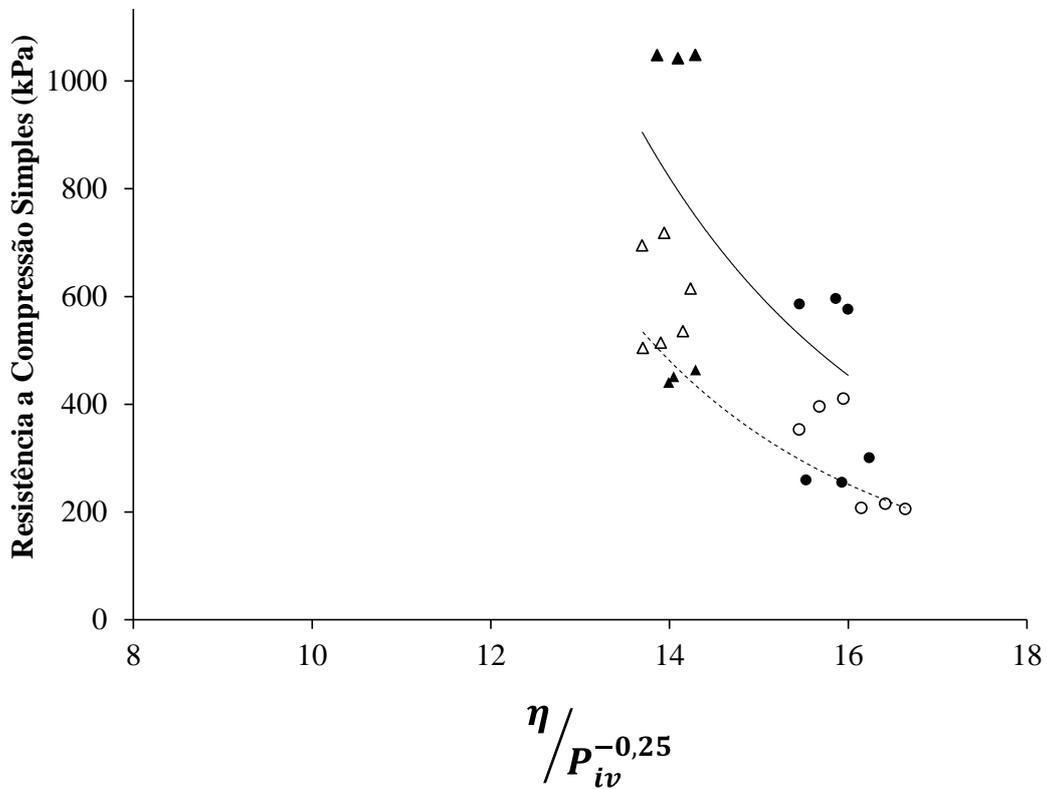


Figure 4.66. Relação da RCS com o índice de porosidade e teor volumétrico de polímero para os compósitos RPC.

Conforme observado, há uma melhor correlação dos valores para os compósitos aos sete dias. Isto porque aos 28 dias o comportamento dos compósitos não segue a prerrogativa de aumento da variável RCS com o teor polimérico, uma vez que o incremento de polímero levou a menores valores de resistência. Isso indica a viabilidade do uso do índice para previsão da resistência a compressão simples para os compósitos RPC, pelo menos aos 7 dias. As relações encontradas para o tempo de cura de 7 e 28 dias, respectivamente, são:

$$\text{RCS (kPa)}_{7 \text{ dias}} = 1 \cdot 10^8 \cdot \left( \eta / P_{iv}^{-0,25} \right)^{-4,44} \quad R^2 = 0,51 \quad 4.15$$

$$\text{RCS (kPa)}_{28 \text{ dias}} = 2 \cdot 10^8 \cdot \left( \eta / P_{iv}^{-0,25} \right)^{-4,86} \quad R^2 = 0,92 \quad 4.16$$

Assim como foi feito anteriormente, fez-se a normalização dos valores de RCS para o ponto  $\eta/P_{iv}^{-0,25} = 15$ , já que é um ponto médio comum as duas curvas, conforme Fig. 4.67. A relação encontrada é dada por:

$$\frac{RCS}{RCS\left(\eta/P_{iv}^{-0,25}\right)=30} = 1,2 \cdot 10^5 \cdot \left(\eta/P_{iv}^{-0,25}\right)^{-4,5} \quad R^2 = 0,64 \quad 4.17$$

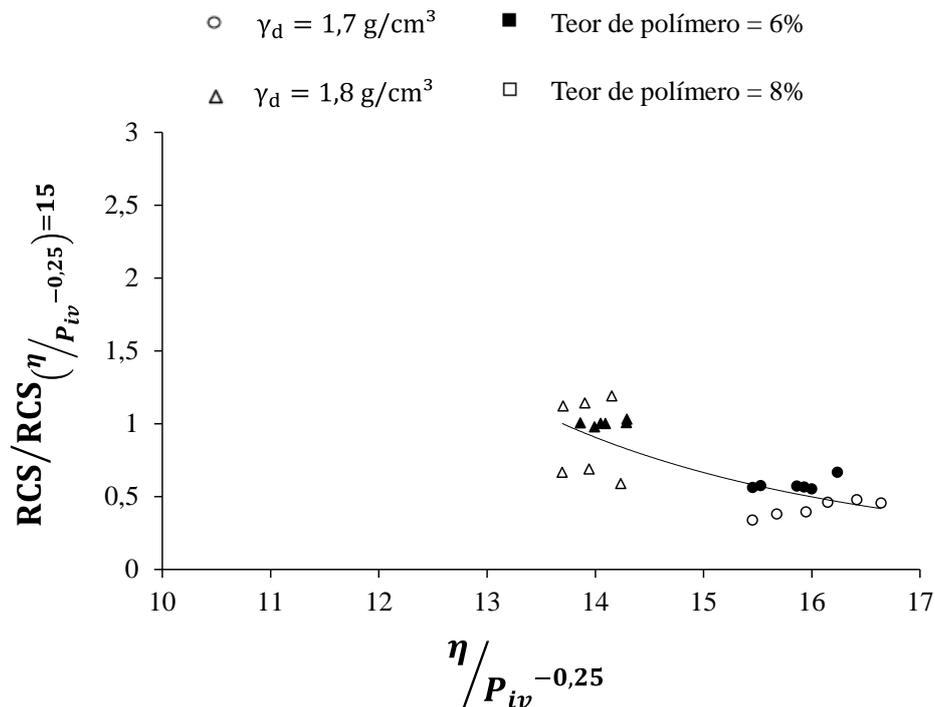


Figura 4.67. Resistência à compressão simples normalizada para ambos tempos de cura.

#### 4.2.4.3. Compósito Rejeito-Polímero-Fibra (RPF)

No caso dos compósitos RPF a combinação massa específica-teor de cura são os mais significativos para a variável resposta, conforme constatado pela análise ANOVA dos resultados de RCS. Sabendo disso, a curva que relaciona o indicador proposto com a RCS é apresentada na Fig. 4.68. Observa-se que a curva para 28 dias de cura apresenta  $R^2$  de 0,80. Essa relação não foi observada aos sete dias de cura.

—: Tempo de cura = 28 dias  $R^2 = 0,80$      $\Delta$   $\gamma_d = 1,8 \text{ g/cm}^3$      $\square$  Teor de polímero = 9%

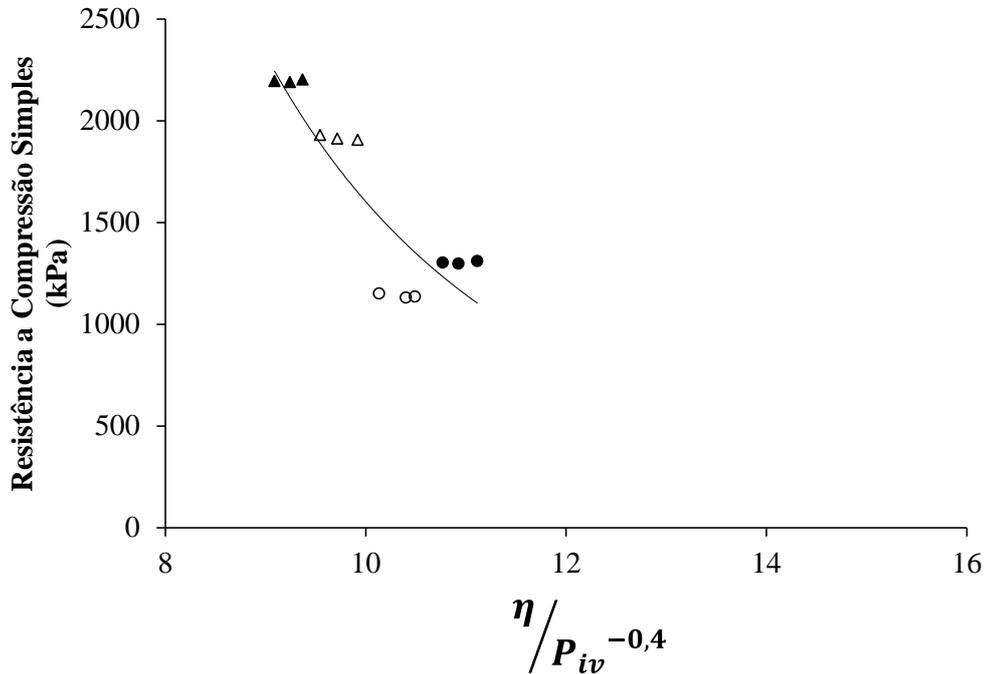


Figure 4.68. Relação da RCS com o índice de porosidade e teor volumétrico de polímero para os compósitos RPF.

A equação para a curva de tendência encontrada está descrita na Eq. 4.18.

$$\text{RCS (kPa)}_{28 \text{ dias}} = 5 \cdot 10^6 \cdot \left( \eta / P_{iv}^{-0,4} \right)^{-3,53} \quad R^2 = 0,80 \quad 4.18$$

Apesar da curva aos sete dias não apresentar o comportamento decrescente esperado, observa-se que os valores são muito próximos, relacionados ao valor máximo dado pela contribuição do polímero. Tanto que a potência do indicador  $\eta / P_{iv}^{-0,4}$  é próxima a 1.

Assim como foi feito anteriormente, fez-se a normalização dos valores de RCS para o ponto  $\eta / P_{iv}^{-0,4} = 10,5$ , já que é um ponto médio comum as duas curvas. Contudo, apenas os resultados aos 28 dias foram efetivos nessa aproximação, já que é onde de fato os fatores significativos estão contribuindo para a RCS, após a cura do polímero. A curva é apresentada na Fig. 4.69, e a relação encontrada é dada por:

$$\frac{RCS}{RCS} \left( \frac{\eta}{P_{iv}^{-0,4}} \right) = 10,5 = 3471,9 \cdot \left( \frac{\eta}{P_{iv}^{-0,4}} \right)^{-3,53} \quad R^2 = 0,80 \quad 4.19$$

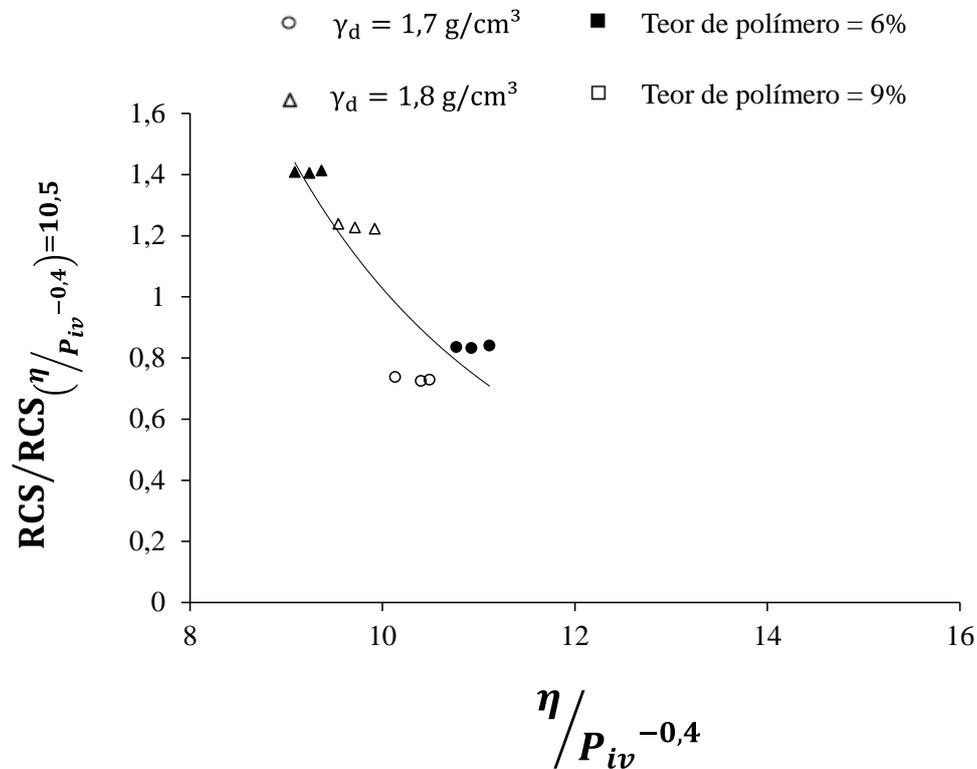


Figura 4.69. Resistência à compressão simples normalizada para os compósitos RPF aos 28 dias.

As relações aqui apresentadas demonstraram a possibilidade de obtenção dos parâmetros por meio de uma curva única. Para os compósitos rejeito-polímero e rejeito-polímero-fibra foram obtidos os melhores resultados de  $R^2$ . Isso acontece por uma menor dispersão dos dados comparados ao RPC. Do ponto de vista prático, essa menor confiabilidade no compósito RPC não causa prejuízos, pois esta não deveria ser uma escolha a ser realizada em campo.

#### 4.2.5. MÓDULO A PEQUENAS DEFORMAÇÕES ( $M_0$ )

Como o ensaio de pulso ultrassônico é não destrutivo, ele também foi realizado em triplicatas nas amostras que foram ensaiadas para os ensaios de cisalhamento direto e compressão simples. Por este ensaio, foi obtido o módulo a pequenas deformações ( $M_0$ ) tanto para o rejeito puro quanto para os compósitos (RP, RPC e RPF).

Da mesma maneira que os ensaios anteriores, avaliou-se o efeito da influência dos fatores na variável resposta que é o  $M_0$  por meio de uma análise estatística no software R baseada na experimentação fatorial  $2^k$ .

Os tratamentos estatísticos são apresentados na Tab. 4.17, juntamente com os valores médios de  $M_0$  obtidos para os três compósitos para o ensaio de compressão simples. Já na Tab. 4.18 os resultados para o cisalhamento direto.

Tabela 4.17. Tratamento estatístico para os ensaios de compressão simples.

Tratamento	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Teor polimérico (%)	Tempo de cura (dias)	$M_0$ RP (kPa)	$M_0$ RPC (kPa)	$M_0$ RPF (kPa)
1	1,7	6	7	792,30	835,20	385,45
2	1,7	6	28	1740	1181,70	415,40
3	1,7	9	7	560,07	621	489,36
4	1,7	9	28	1230	603	534,00
5	1,8	6	7	1261	1153	689,48
6	1,8	6	28	2457	1345,60	883,70
7	1,8	9	7	749,31	978,8	1268,48
8	1,8	9	28	1460	1539,30	1376,50

Tabela 4.18. Tratamento estatístico para os ensaios de cisalhamento direto.

Tratamento	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Teor polimérico (%)	Tempo de cura (dias)	M <sub>0</sub> RP (kPa)	M <sub>0</sub> RPC (kPa)	M <sub>0</sub> RPF (kPa)
1	1,7	6	7	495,55	225,10	1168
2	1,7	6	28	562,70	203,10	1255
3	1,7	9	7	738,35	495,90	1043
4	1,7	9	28	836,70	454,00	1172
5	1,8	6	7	604,97	299,20	1435
6	1,8	6	28	682,46	303,93	1500
7	1,8	9	7	1002,60	790,50	2198
8	1,8	9	28	1131,00	866,40	2390

É importante destacar que os resultados dos módulos deveriam ser similares para os corpos de prova de compressão simples e cisalhamento direto. Contudo, entende-se que pode haver uma redução na precisão do equipamento para os corpos de prova menores.

Conforme apresentado na Tab. 4.17 e Tab. 4.18, os resultados de módulo são crescentes com a massa específica, com o tempo de cura e também com o teor polimérico. Os maiores valores são observados para os compósitos RP e RPF com teor polimérico de 9%.

Primeiramente foi testado um modelo com interações de segunda ordem, a partir do qual conduziu-se uma análise de ANOVA. Em seguida, foi feito a avaliação com o modelo completo, ou seja, considerando os efeitos de terceira ordem. Os resultados para o RP nas amostras dos ensaios de compressão simples são apresentados na Tabela 4.19 e para aquelas do ensaio cisalhamento direto na Tab. 4.20, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.19. Tabela ANOVA para o compósito RP para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	4654605	4654605	1594930	$< 2 \cdot 10^{-16}$
B	1	965584	965584	330864	$< 2 \cdot 10^{-16}$
C	1	1906276	1906276	653198	$< 2 \cdot 10^{-16}$
AB	1	32271	32271	11058	$< 2 \cdot 10^{-16}$
AC	1	220049	220049	75401	$< 2 \cdot 10^{-16}$
BC	1	221464	221464	75886	$< 2 \cdot 10^{-16}$
ABC	1	16045	16045	5498	$< 2 \cdot 10^{-16}$
Residual	16	47	3		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,998

Tabela 4.20. Tabela ANOVA para o compósito RP para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	53618	53618	7256,45	$< 2 \cdot 10^{-16}$
B	1	238150	238150	32230,01	$< 2 \cdot 10^{-16}$
C	1	700406	700406	94789,62	$< 2 \cdot 10^{-16}$
AB	1	698	698	94,41	$4,09 \cdot 10^{-08}$
AC	1	2503	2503	338,78	$3,43 \cdot 10^{-12}$
BC	1	40703	40703	5508,57	$< 2 \cdot 10^{-16}$
ABC	1	174	174	23,61	0.000174
Residual	16	118	7		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,9998

A análise ANOVA demonstrou que os fatores controláveis (massa específica, tempo de cura e teor de polímero) são significativos para determinação de  $M_0$ , a um nível de significância de 0,001 para o RP nos ensaios de compressão simples e cisalhamento direto.

Para testar a normalidade foi utilizado o teste de Shapiro-Wilk e para o teste de homoscedasticidade aplicou-se o teste de Breush-Pagan. Os dados atenderam ambas as pressuposições.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto da Fig. 4.70 é apresentado. Constata-se que para as amostras de compressão simples o tempo de cura é o fator mais significativo, seguido da massa específica e do teor de solução. A interação que mais afeta a variável resposta é a massa específica – teor de solução, seguido tempo de cura-teor de solução e por fim as interações tempo de cura- massa específica e a de terceira ordem com influência muito próxima.

Já para as amostras de cisalhamento, que são de menor dimensão, o teor que possui mais efeito é o teor de solução, seguido da massa específica e do tempo de cura. As seguintes interações apresentam a mesma ordem.

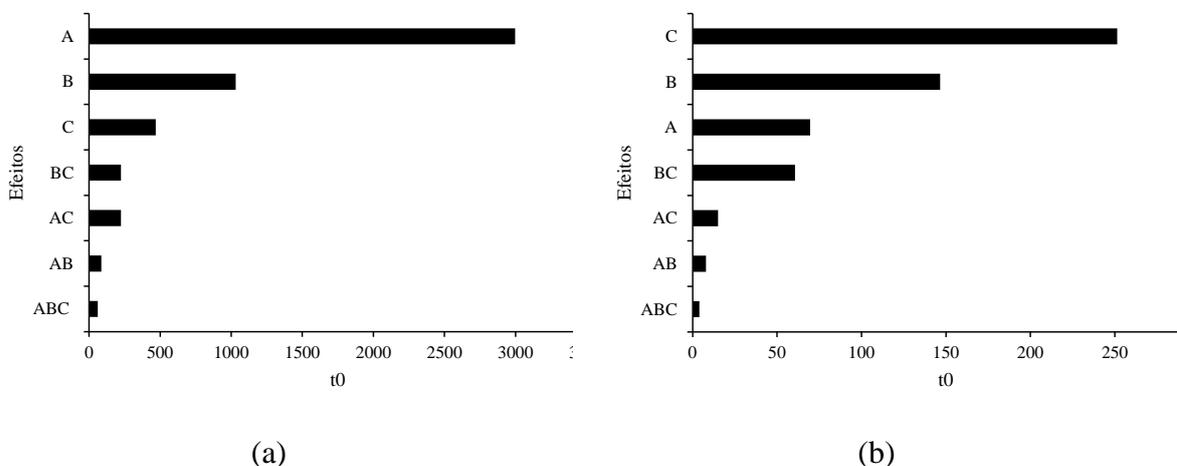


Figura 4.70. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.

Já os resultados para o compósito RPC nas amostras dos ensaios de compressão simples são apresentados na Tabela 4.21 e para aquelas do ensaio cisalhamento direto na Tab. 4.22, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.21. Tabela ANOVA para o compósito RPC para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	434597	434597	4,76 10 <sup>4</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
B	1	1173980	1173980	1,29 10 <sup>5</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
C	1	221069	221069	2,42 10 <sup>4</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
AB	1	67480	67480	7,40 10 <sup>4</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
AC	1	10	10	1,803	0,313
BC	1	243694	243694	2,67 10 <sup>4</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
ABC	1	199546	199546	2,19 10 <sup>4</sup>	< 2 10 <sup>-16</sup>
Residual	16	146	9		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,999

Tabela 4.22. Tabela ANOVA para o compósito RPC para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	228	228	3,21	0,09121
B	1	301953	301953	4247,87	< 2 10 <sup>-16</sup>
C	1	948038	948038	1336,99	< 2 10 <sup>-16</sup>
AB	1	8288	8288	116,60	9,34 10 <sup>-9</sup>
AC	1	1291	1291	18,16	0,000597
BC	1	112888	112888	1588,11	< 2 10 <sup>-16</sup>
ABC	1	3553	3553	49,98	2,65 10 <sup>-6</sup>
Residual	16	1137	71		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,9988

A análise ANOVA demonstrou que os fatores controláveis (massa específica, tempo de cura e teor de polímero) são significativos para determinação de  $M_0$ , a um nível de significância de 0.001 para o RPC nos ensaios de compressão simples e cisalhamento direto. Exceto a combinação AC não foi significativa para as amostras maiores.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto da Fig. 4.71 é apresentado. Nas amostras de compressão simples os fatores mais significativos foram a massa específica, o tempo de cura e a interação massa específica-tempo de cura. Já nas amostras menores, a sequência dos mais significativos foi teor de solução, massa específica e a relação entre os dois. Neste último caso o tempo de cura não trouxe benefícios para a variável resposta.

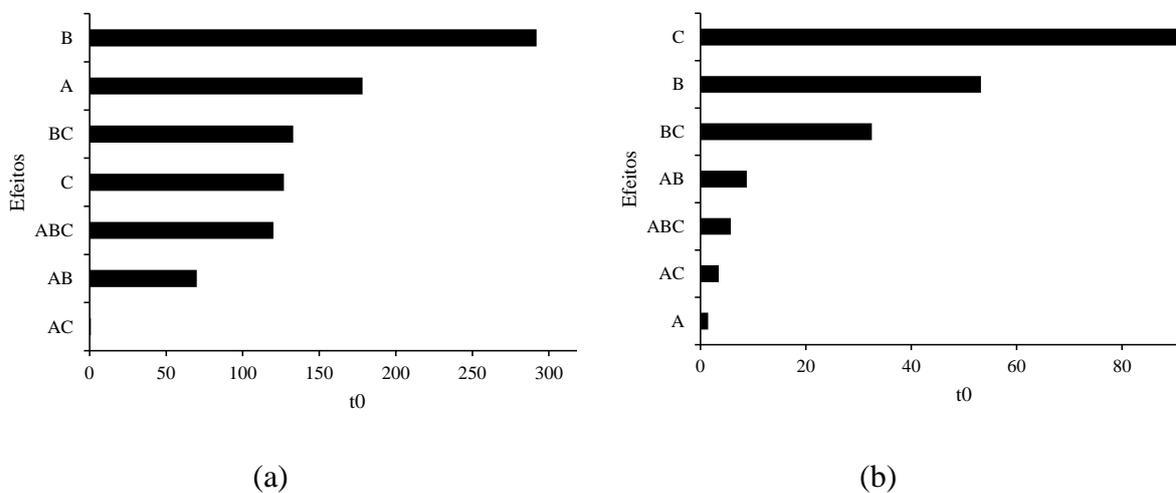


Figura 4.71. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.

Por fim, para os compósitos RPF os resultados são apresentados na Tab. 4.23 para as amostras dos ensaios de compressão simples e na Tab. 4.23 e para aquelas do ensaio cisalhamento direto, onde A é o tempo de cura, B é a massa específica e C o teor de solução.

Tabela 4.23. Tabela ANOVA para o compósito RPF para as amostras de ensaio de compressão simples com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	54817	54817	2805,14	$< 2 \cdot 10^{-16}$
B	1	2155802	2155802	110318	$< 2 \cdot 10^{-16}$
C	1	6255005	6255005	31983	$< 2 \cdot 10^{-16}$
AB	1	18537	18537	948,59	$1,13 \cdot 10^{-15}$
AC	1	1683	1683	86,14	$7,67 \cdot 10^{-8}$
BC	1	272427	272427	13940,83	$< 2 \cdot 10^{-16}$
ABC	1	4293	4293	219,70	$9,13 \cdot 10^{-11}$
Residual	16	313	20		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,999

Tabela 4.24. Tabela ANOVA para o compósito RPF para as amostras de ensaio de cisalhamento direto com interações de terceira ordem.

Fatores	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrados Médios (QM)	F	Pr (>F)
A	1	88573	88573	3769,09	$< 2 \cdot 10^{-16}$
B	1	3139267	3139267	133585,82	$< 2 \cdot 10^{-16}$
C	1	783371	783371	3334,92	$< 2 \cdot 10^{-16}$
AB	1	1014	1014	43,15	$6,46 \cdot 10^{-6}$
AC	1	10753	10753	457,56	$3,39 \cdot 10^{-13}$
BC	1	1292704	1292704	55008,69	$< 2 \cdot 10^{-16}$
ABC	1	2948	2948	125,45	$5,55 \cdot 10^{-9}$
Residual	16	376	24		
R <sup>2</sup> (Teste t de Student) – fatores de segunda ordem					0,9988

A análise ANOVA demonstrou que os fatores controláveis (massa específica, tempo de cura e teor de polímero) são significativos para determinação de  $M_0$ , a um nível de significância de 0.001 para o RPC nos ensaios de compressão simples e cisalhamento direto. Exceto a combinação AC não foi significativa para as amostras maiores.

Para melhor visualização dos fatores significativos e das interações o gráfico de Pareto da Fig. 4.72 é apresentado. Nas amostras de compressão simples os fatores mais significativos foram a massa específica, o tempo de cura e a interação massa específica-tempo de cura. Já nas amostras menores, a sequência dos mais significativos foi teor de solução, massa específica e a relação entre os dois. Neste último caso o tempo de cura não trouxe benefícios para a variável resposta.

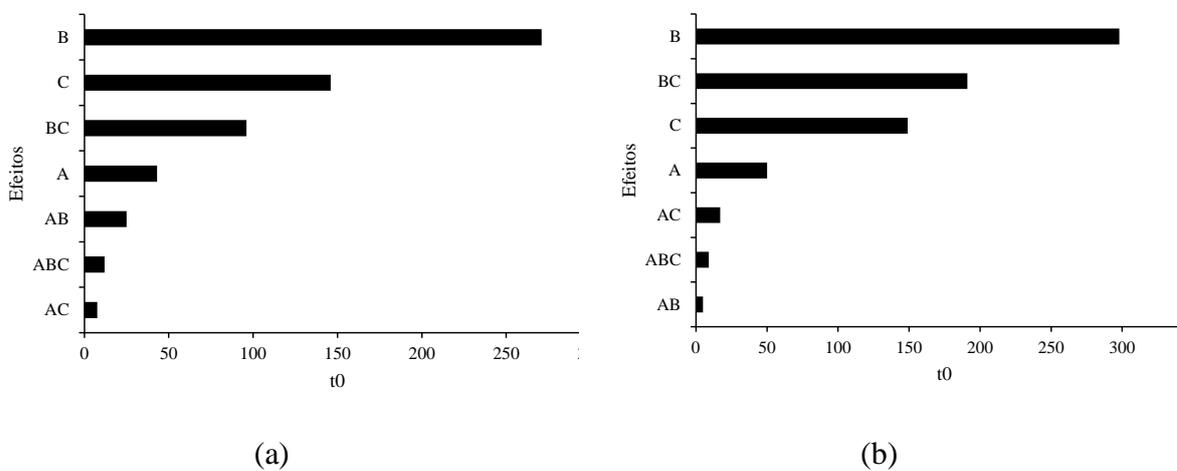


Figura 4.72. Gráfico de Pareto das interações (a) resultados para as amostras do ensaio de compressão simples; (b) resultados para as amostras do ensaio de cisalhamento direto.

### 4.3. CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA

Nesta seção são apresentados os resultados da caracterização mineralógica do rejeito puro e dos compósitos.

#### 4.3.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

O ensaio de DRX foi executado nas seguintes amostras: rejeito puro; compósito com solução de 40% após 7 dias; compósito com solução de 40% após 1 ano; compósito com solução de 60% após 28 dias; compósito com solução de 60% e cal após 28 dias. Em todos os casos o ensaio indicou que as amostras são compostas em maioria por quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), minerais

muscovita ( $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ) e caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), conforme Fig. 4.73. Além desses, nos compósitos foi encontrado a Gipsita ( $\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

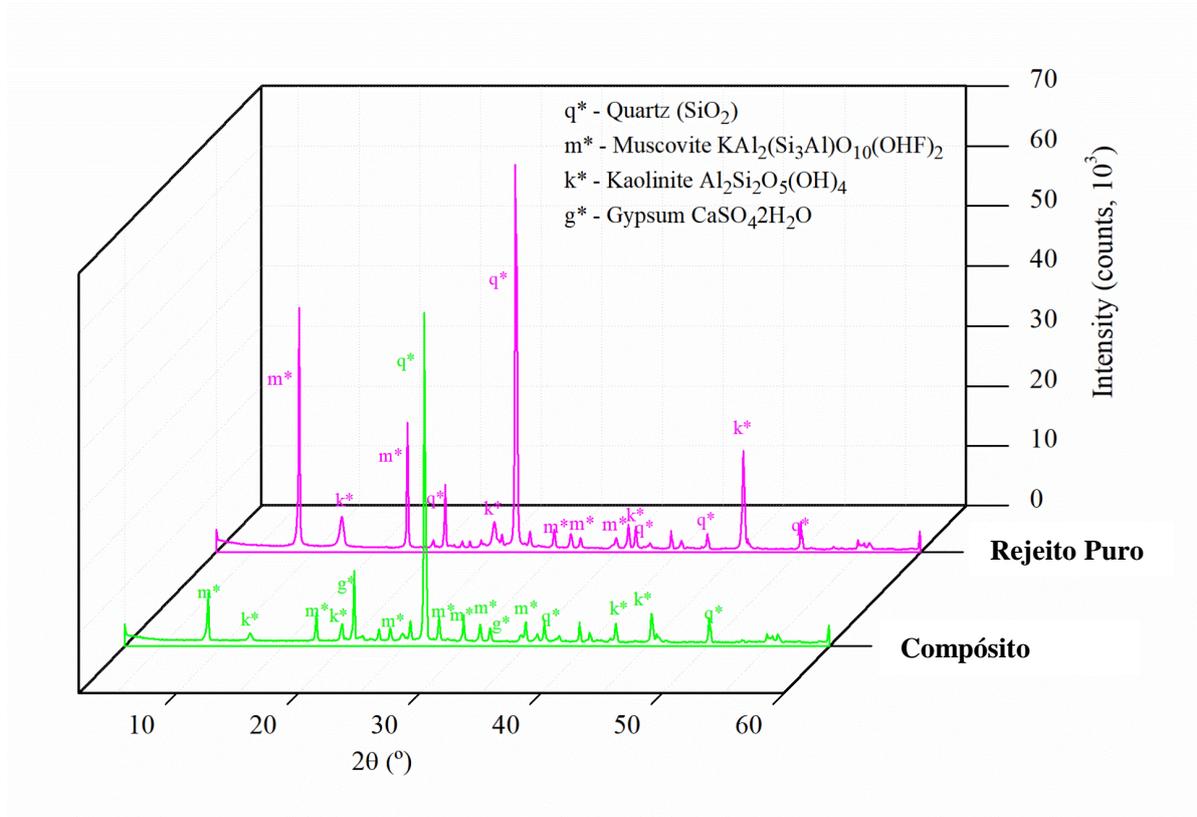


Figura 4.73. Ensaio de DRX para o rejeito puro e compósito.

O quartzo é uma das espécies mineralógicas mais comuns encontradas na crosta terrestre. Ele pode ocorrer nos sedimentos e nos três tipos de rochas: ígneas (granito, riólito e pematito), sedimentares (arenito) e metamórficas (quartzito, gnaisse, xisto).

A muscovita é da classe dos silicatos, do grupo dos filossilicatos. Pode ser encontrado em rochas ígneas félsicas, em rochas metamórficas e em grãos detríticos. A caulinita também é da classe dos silicatos, do grupo dos filossilicatos, podendo formar agregados compactos, friáveis e massas argilosas. Geralmente são produzidos pelo intemperismo de minerais comuns como feldspato e micas (Menezes, 2013).

Os resultados estão alinhados com a mineralogia encontrada por Zinni *et al.* (1988) apud Amorim (2007) que também estudaram rejeitos da Mina do Morro do Ouro. Segundo os autores, os minerais de muscovita e de quartzo compõem mais de 85% da composição do minério.

Almeida (2009) fez uma análise mineralógica detalhada da região e também encontrou grandes quantidades de quartzo e muscovita. Além disso, a pesquisadora determinou a presença de clorita, de carbonato, de material carbonoso e de materiais acessórios, como: ilmenita, apatita, turmalina, pirita e pirrotita.

Segundo Menezes (2013), a presença desses três minerais poderia indicar que a rocha de origem se trata de uma sedimentar clástica ou rocha metamórfica com metamorfismo regional. Esta afirmação está congruente com a caracterização da geologia local, que é composta por filitos carbonosos.

Os filitos são rochas com textura intermediária ao xisto e a ardósia e formam lâminas que se partem, devido a sua textura foliada. Em geral, as rochas metamórficas com alto teor de quartzo são menos susceptíveis ao intemperismo. Dessa maneira pode-se afirmar que o processo de intemperismo artificial que a rocha foi submetida durante o processo de beneficiamento não foi capaz de alterar quimicamente a sua composição. Isso é interessante pois reforça a constatação de que o rejeito estudado passou apenas por ações físicas e por isso a coesão aparente não foi formada entre as partículas.

Para as amostras do compósito foi também identificado a gipsita, conforme Fig. 4.61. Este mineral pertence aos sulfatos hidratados e é o mais abundante dessa classe. Contudo, é importante destacar que o compósito não gerou um novo mineral. Esta identificação apresentada pelo DRX deve-se à técnica de classificação utilizada, que consulta a base de dados mineral do software JADE 9.0.

Cada estrutura cristalina produz um padrão de difração característico. Assim, para a interpretação dos resultados, a consulta a essa base de dados é feita em comparação com padrões produzidos por estruturas já conhecidas. Neste caso, o padrão do polímero foi associado como isoestrutural a gipsita.

Gcasamba *et al.* (2019) investigou rejeitos de ouro gerados em uma mina da África do Sul. A análise mineralógica encontrou como principais elementos também quartzo, muscovita e caulinita. Além disso, os autores detectaram a presença de Pirita, o que leva a uma preocupação quanto a toxicidade, já que a oxidação deste mineral aumenta a acidez e, conseqüentemente, a mobilidade de elementos potencialmente tóxicos.

Santos (2018) também encontrou os mesmos minerais para o rejeito de minério de ouro de outra região estudado pela pesquisadora, além de outros elementos. A autora destaca que as frações

finas deste rejeito apresentam minerais mais densos, conforme comprovado por ela na análise de massa específica por frações retidas no peneiramento fino.

#### 4.3.2. ESPECTROSCOPIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (XRF)

A análise XRF indicou os seguintes componentes para o rejeito puro: Si (53%); Al (21%); K (13%); Fe (9%); Ti (0.877%); Ba (0.805%); S (0.497%); As (0.255%); Zr (0.068); Rb (0.061%); Mn (0.048%); Cr (0.038%); Zn (0.020%); e Sr (0.019%), conforme Fig. 4.74. Os resultados no compósito não apresentaram diferenças, uma vez que o polímero é majoritariamente composto por carbono, que não é detectado neste teste.

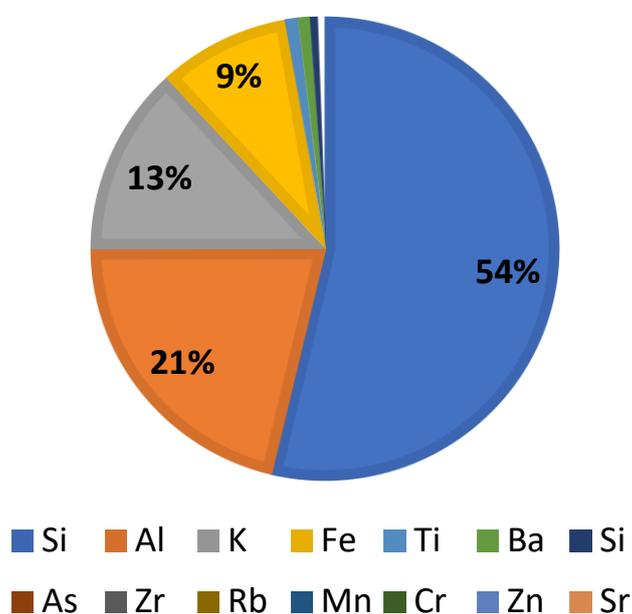


Figura 4.74. Componentes químicos do rejeito puro.

É importante destacar que 1% dos elementos encontrados são metais pesados, sendo eles: Ti, As, Mn, Cr, Zn e Sr. Esta mesma porcentagem foi obtida para os minerais pesados nas análises de microtomografia computadorizada.

As autoras Silva (2020) e Carneiro (2020) realizaram a análise elementar CHN na solução poliméricas. Elas obtiveram que ele é composto em maioria por carbono (69,03%), seguido de hidrogênio (7,01%) e por fim nitrogênio (0,52%). É interessante destacar que a partir dessa composição observa-se que o polímero não seria agressivo ao meio ambiente.

#### 4.4. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

Nesta seção são apresentados os resultados da caracterização química, que envolveu a determinação do pH das amostras e na avaliação do comportamento térmico.

##### 4.4.1. MÉTODO DO PHMETRO

Os resultados do ensaio de pHmetro são apresentados no gráfico da Fig. 4.75. Na Tab. 4.25 os valores de pH e a temperatura são descritos.

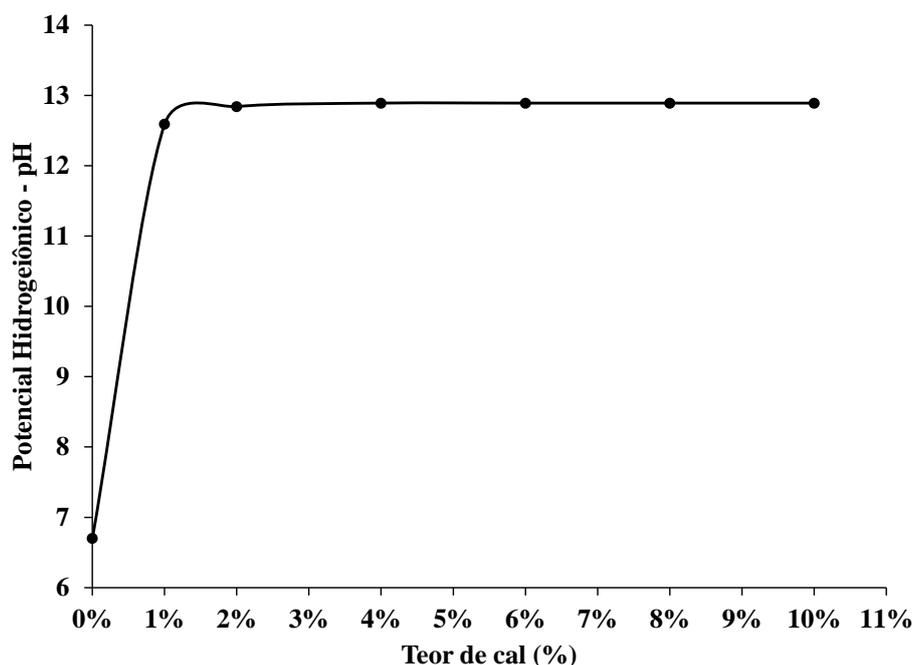


Figura 4.75. Curva pH x teor de cal.

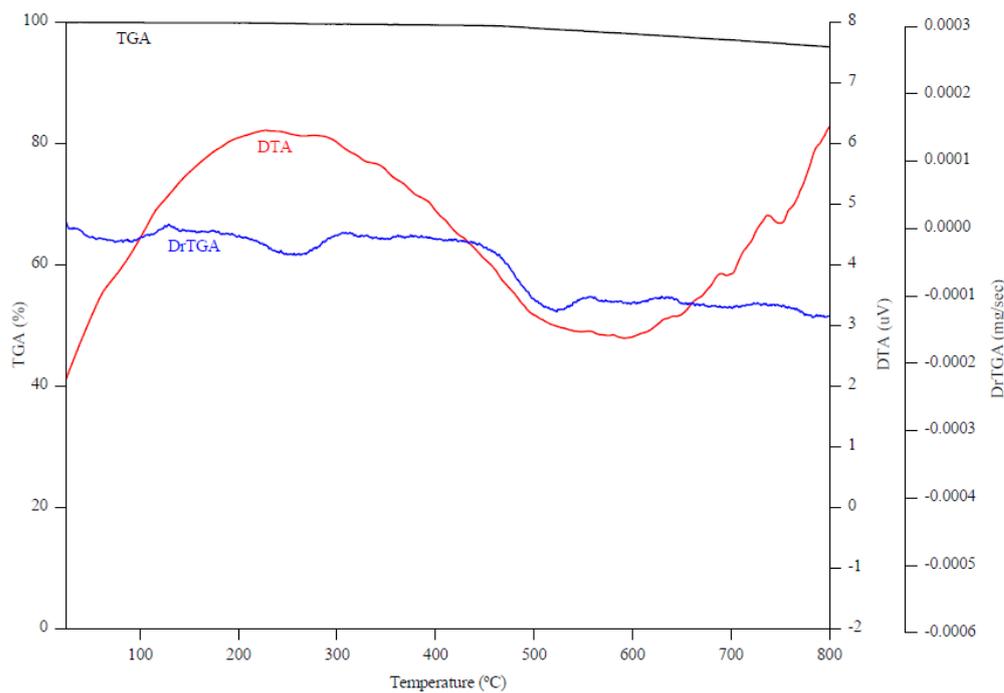
Tabela 4.25. Amostras para ensaio em pHmetro.

Número	Descrição	pH
1	Rejeito Puro	5,07
2	Rejeito + Solução 40%	6,7
3	Rejeito + Solução 40% + 1% Cal	12,59
4	Rejeito + Solução 40% + 2% Cal	12,84
5	Rejeito + Solução 40% + 4% Cal	12,89
6	Rejeito + Solução 40% + 6% Cal	12,89
7	Rejeito + Solução 40% + 8% Cal	12,89
8	Rejeito + Solução 40% + 10% Cal	12,89
9	Cal pura	12,95
10	Rejeito + 1% Cal	12,62

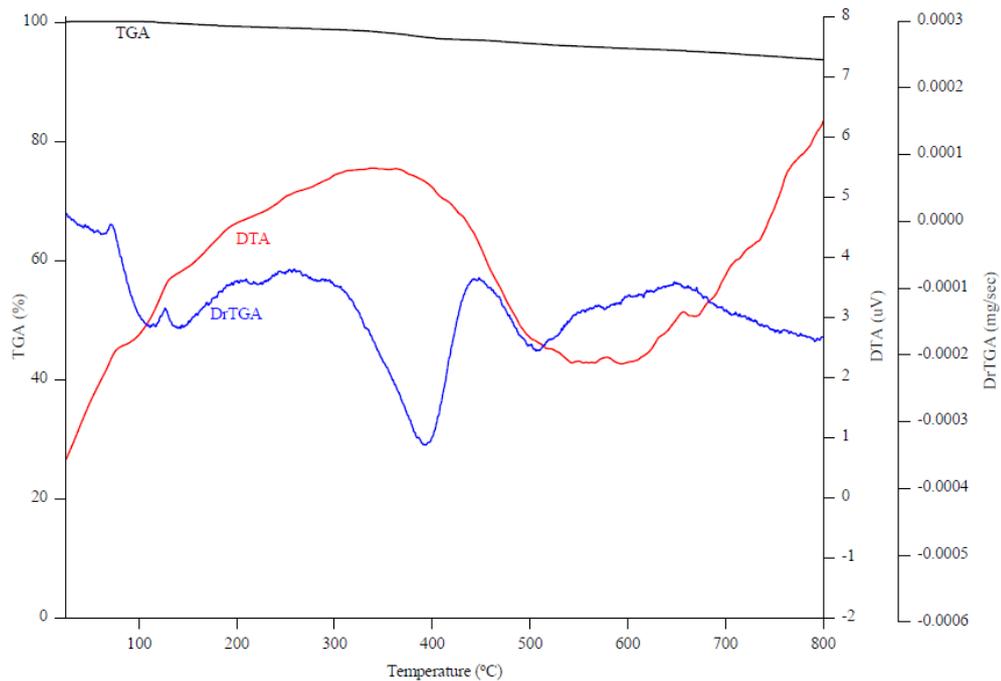
Conforme preconiza a Norma DNIT 419/2019 constatou-se que o teor provável de cal é 1%, uma vez que o pH obtido foi de 12,59 maior que 12,4. É interessante salientar que a cal apresenta um pH alcalino e ao misturar com o rejeito as reações químicas internas mudam o pH do compósito RP, levando a mistura a um estado alcalino. Além disso, o pH do rejeito puro obtido foi de 5,07, valor muito próximo aos obtidos para a maioria dos solos intemperizados brasileiros.

#### 4.4.2. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA/DTA)

As análises térmicas TGA e DTA foram conduzidas para o rejeito puro e para o compósito rejeito-polímero. Os resultados são apresentados na Fig. 4.76, para a qual observa-se a curva TGA, que avalia a perda de massa em %, a derivada dela (DrTGA) e em vermelho a curva da análise de DTA.



(a)



(b)

Figura 4.76. Resultado das análises de TGA e DTA (a) rejeito puro; (b) compósito RP.

A análise de TGA está relacionada a mudanças de massa devido a interação com a atmosfera, vaporização e decomposição. Ambos apresentaram pouca perda de massa na faixa de valores analisada (0°C - 800°C), cerca de 4,1% para o rejeito puro e 6,2% para o compósito. O que indica uma boa estabilidade térmica para as amostras.

Já a análise de DTA observa os processos físicos e químicos envolvendo variação de energia. Os picos máximos no gráfico indicam a ocorrência de processos exotérmicos, ou seja, com liberação de calor e aumento da temperatura. Alguns exemplos de processos exotérmicos são: oxidação (no ar ou na presença de oxigênio), polimerização, adsorção e cristalização.

Por outro lado, os picos mínimos observados são decorrentes de processos endotérmicos, nos quais a amostra absorve calor. Alguns exemplos incluem fusão, vaporização, absorção e dessorção.

A curva de DTA das amostras é caracterizada por dois eventos térmicos, um pico máximo e um mínimo. No rejeito puro o máximo ocorre em aproximadamente 250°C e no compósito em aproximadamente 350°C. Nos dois casos esse evento acontece com perda de massa, conforme apresenta a curva derivada DrTGA.

Como esses picos acontecem em ambas as amostras ele deve estar relacionado a matriz de rejeito. Uma possibilidade seria a reação de ustulação, na qual ocorre a queima de sulfetos presentes na amostra. Já o pico mínimo das curvas acontece a 600°C. A literatura indica que essa reação endotérmica pode estar relacionada a transformação cristalina do quartzo presente no rejeito.

A análise da curva DrTGA é interessante para avaliar os três principais pontos de temperatura para os polímeros: transição vítrea, fusão e ebulição. Como pode ser observado, esta curva do compósito apresenta alguns pontos bem delimitados, o que não acontece na amostra pura.

Dessa maneira, a temperatura de transição vítrea para esse polímero pode ser observada em aproximadamente 100°C, a de fusão em aproximadamente 400°C e a de ebulição próxima a 600°C.

#### **4.5. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL**

Nesta seção são apresentados os resultados de caracterização microestrutural do rejeito puro e dos compósitos.

##### **4.5.1. MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)**

Na Fig.4.77 são apresentadas as imagens de microscopia óptica para amostras do compósito de rejeito com polímero, para diferentes teores de solução. Para o rejeito puro, observa-se que as partículas que compõe esse material possuem granulometria pequena e uniforme, conforme já constatado pelo ensaio de granulometria.

A olho nu verificou-se que com o aumento do teor polimérico houve uma maior aglutinação dos grãos. Além disso, foi possível diagnosticar também a presença de formações cristalinas do polímero, conforme Fig.4.67(b). Esse tipo de estrutura não foi verificado por outros autores que utilizaram esse estabilizante, como Silva (2020) e Carneiro (2020).

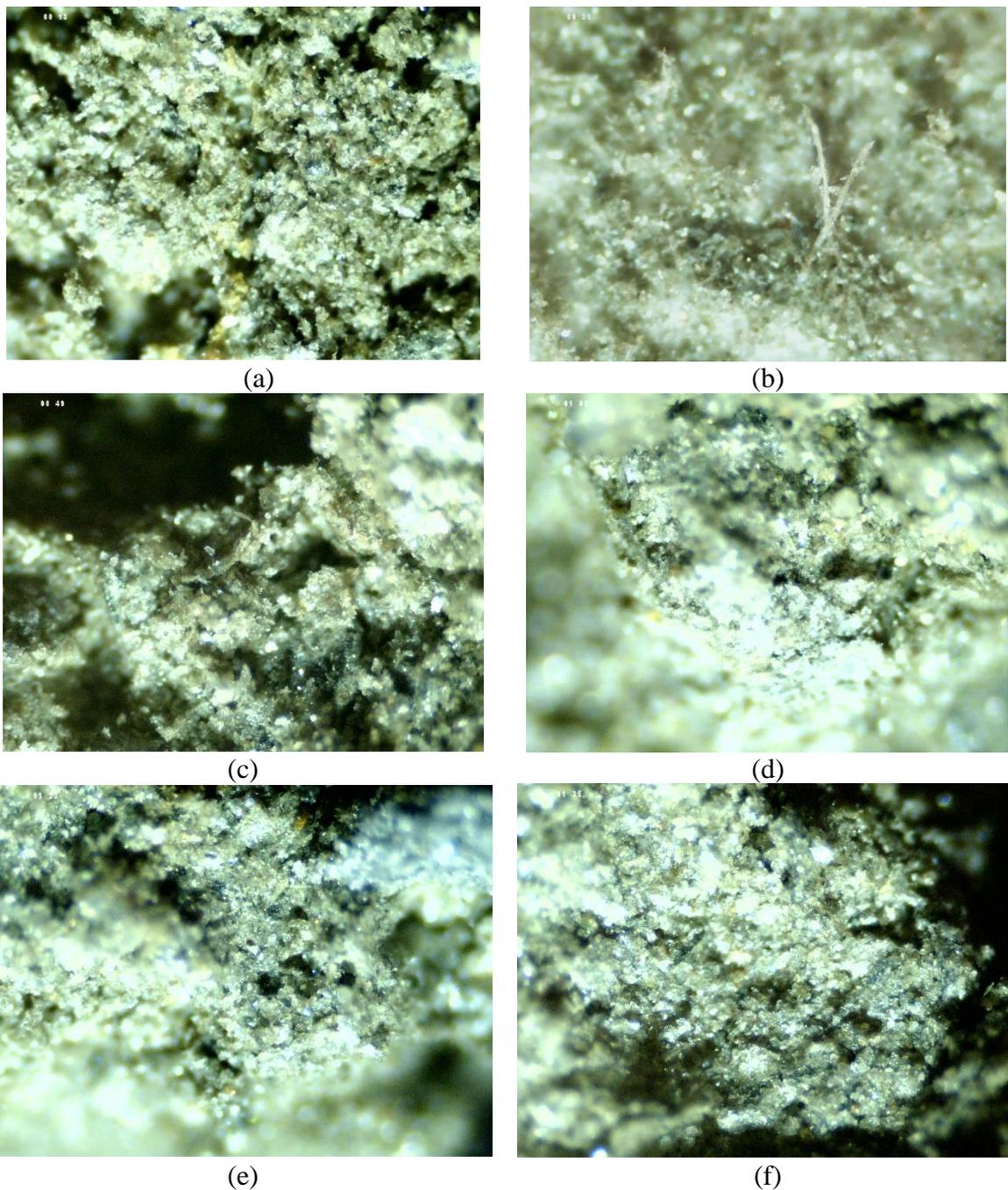
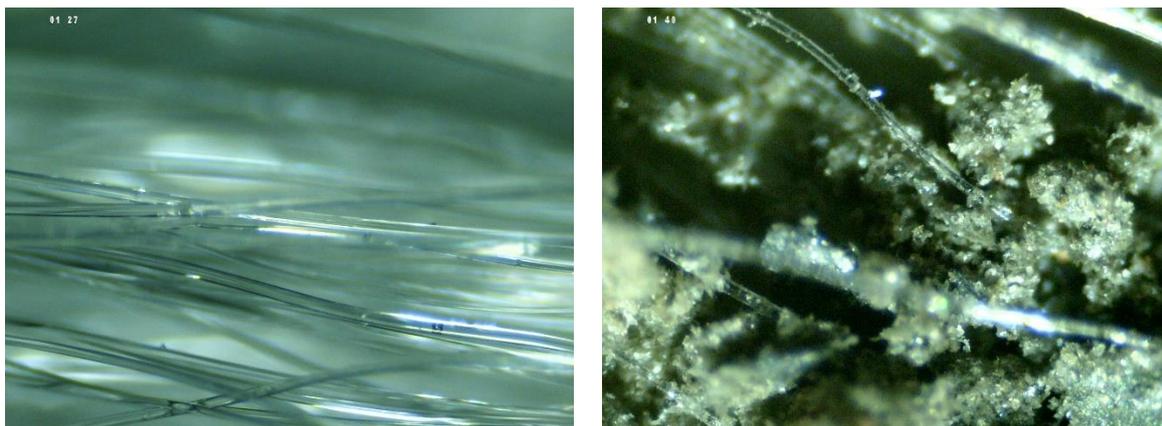


Figura 4.77. Imagens de microscopia óptica (a) rejeito puro; (b) solução de 10%; (c) solução 20%; (d) solução 30%; (e) solução 40%; (f) solução 50%.

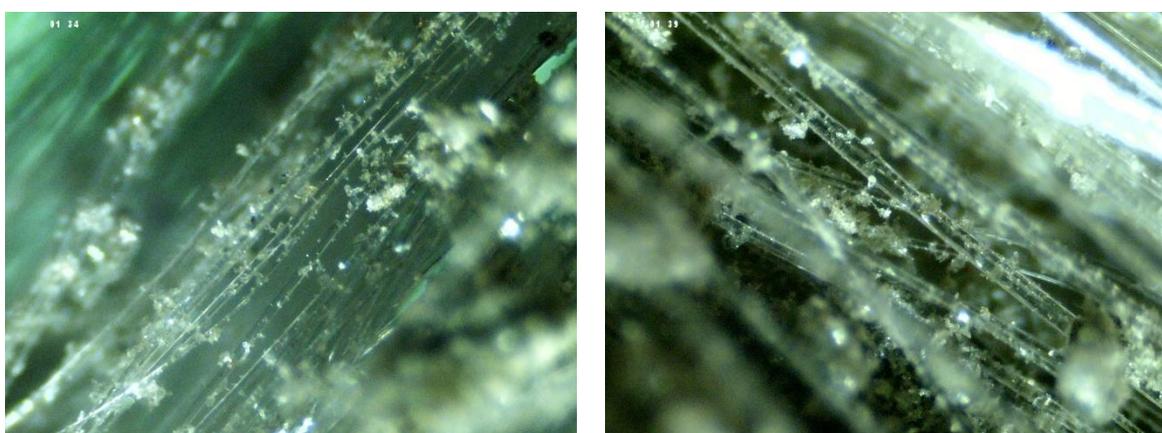
A microscopia foi realizada também nas fibras poliméricas utilizadas neste trabalho, a uma resolução de 10x, conforme Fig.4.68. Para observar a escala entre as fibras e as partículas do rejeito, na Fig.4.69 foi feito a microscopia em um material solto de rejeito e fibras. É interessante observar que mesmo sem o umedecimento do material ou uso de aglutinante (polímero), as partículas do rejeito são atraídas à superfície da Fibra, conforme Fig. 7.74 em resolução de 10x.



(a)

(b)

Figura 4.78. Imagens de microscopia óptica. (a) fibras de polipropileno; (b) fibras em polipropileno e rejeito de minério de ouro.



(a)

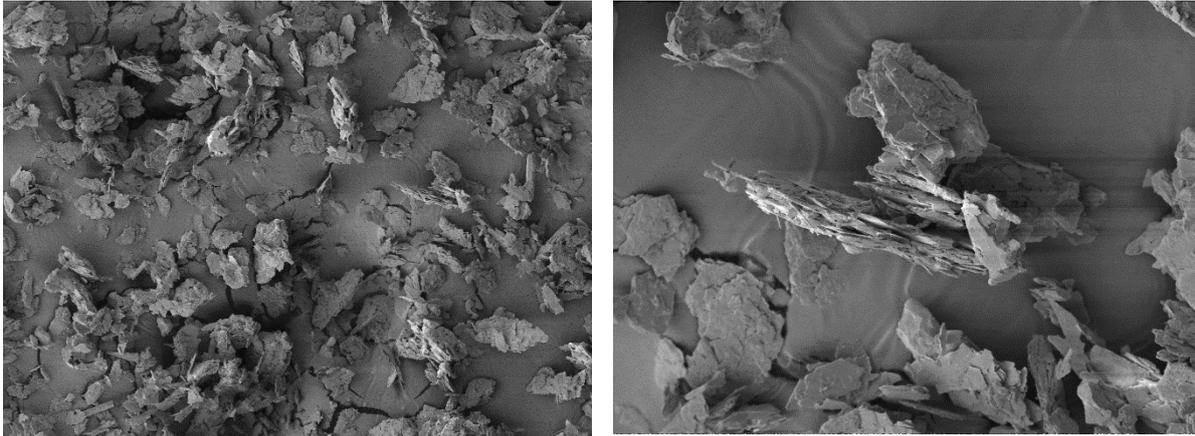
(b)

Figura 4.79. Imagens de microscopia óptica mostrando a atração das partículas de rejeito as fibras de polipropileno.

#### 4.5.2. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada nas amostras de rejeito puro, na cal e nos compósitos com diferentes teores poliméricos. No rejeito puro, conforme Fig. 4.80, observou-se que o rejeito puro é composto por uma estrutura isotextural lamelar, orientada de forma aleatória e com estruturas rigidamente empilhadas.

Keller *et al.* (1986) dizem que a micromorfologia e a textura podem ser utilizadas para contribuir com a identificação mineral. Dessa forma, em comparação com outros autores, observa-se que a caulinita e a muscovita são detectadas, o que corrobora com as análises de DRX (Relosi *et al.*, 2018).



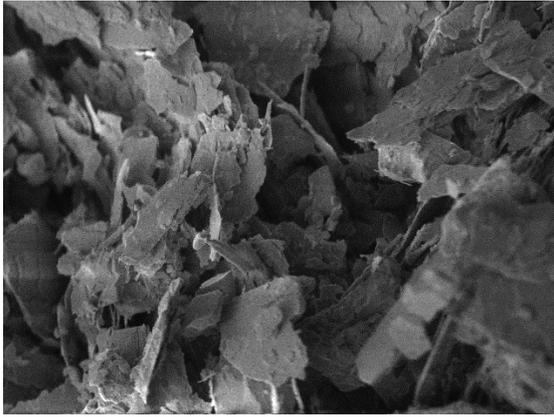
(a)

(b)

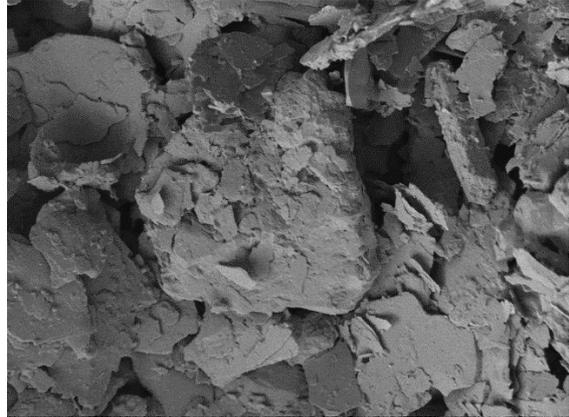
Figura 4.80. Microscopia eletrônica de varredura no rejeito puro.

Com o aumento do teor polimérico foi possível perceber uma maior aglutinação das partículas, conforme Fig. 4.81. Essa tendência de agregação está diretamente relacionada ao tamanho da partícula e a disponibilidade de área superficial. Por outro lado, os empilhamentos de partículas lamelares já presentes no rejeito puro diminuem a área superficial para o polímero realizar a conexão, o que pode levar ao comportamento frágil do material.

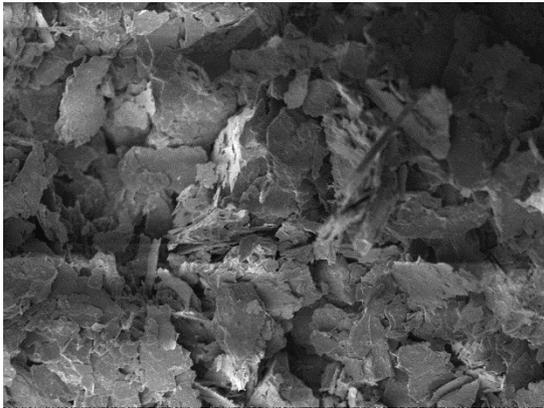
Pelas imagens é também possível perceber que o polímero está atuando entre as partículas lamelares do material. Este comportamento é o descrito por Theng (1982) para os polímeros aniônicos atuando em ambientes ácidos, já que o alumínio exposto na lateral da estrutura cristalina dos minerais adquire carga positiva (maior potencial zeta).



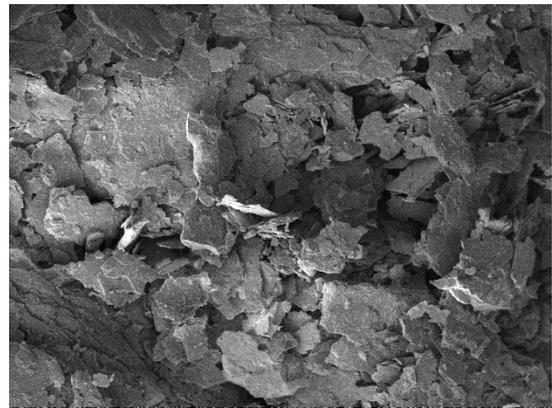
(a)



(b)



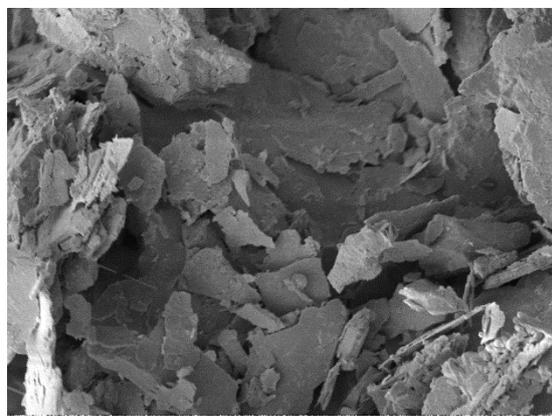
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 4.81. Microscopia eletrônica de varredura nos compósitos. (a) solução 10%; (b) solução 20%; (c) solução 30%; (d) solução 40%; (e) solução 50%; (f) material cisalhado.

Na Fig. 4.82 é apresentada a microscopia eletrônica de varredura realizada na cal virgem. Observa-se que a granulometria dela é muito inferior à do rejeito. Claramente que a atuação da cal está relacionada ao seu efeito químico de alteração do pH da mistura, e não aos efeitos físicos granulométricos.

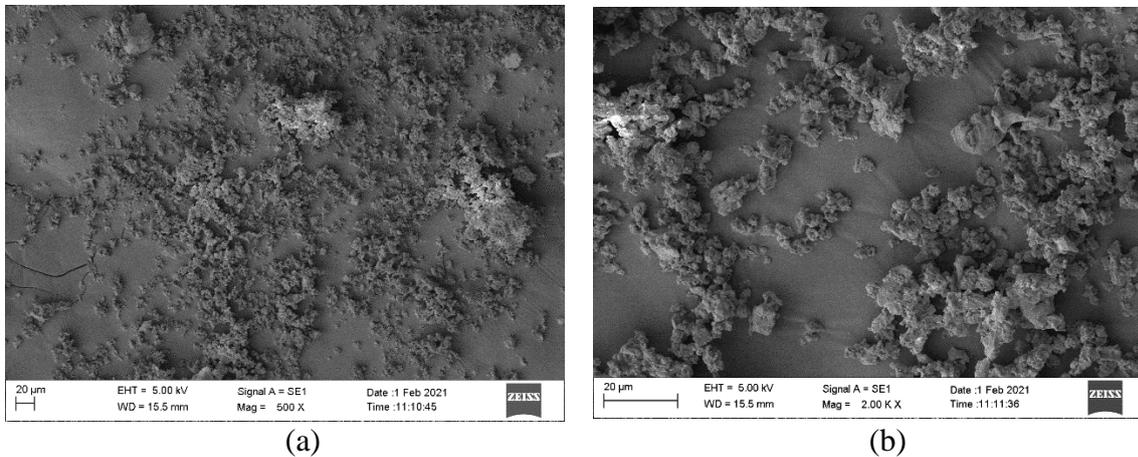
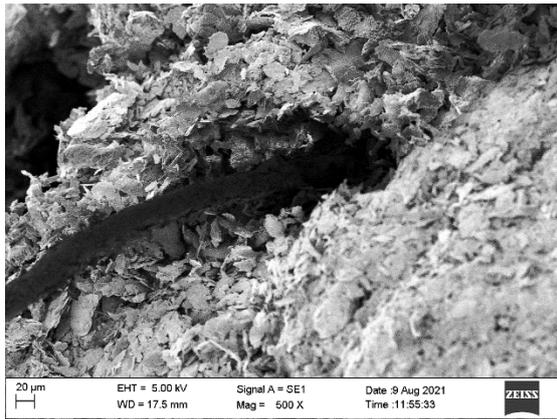
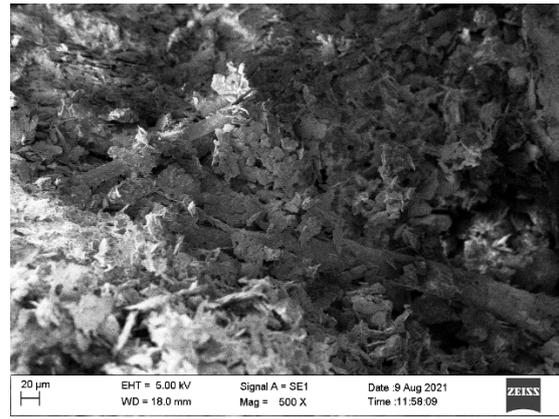


Figura 4.82. Microscopia eletrônica de varredura na cal virgem.

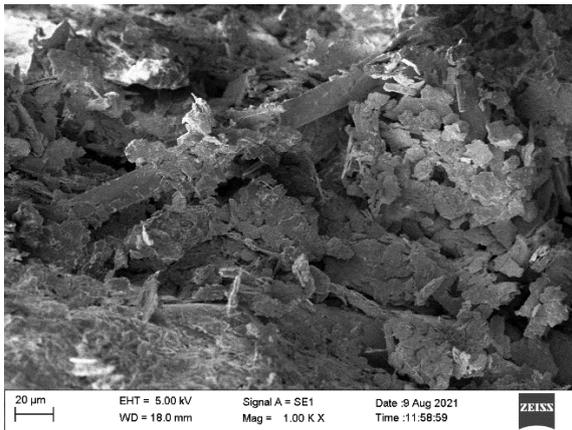
Já a microscopia eletrônica de varredura dos compósitos reforçados com fibra pode explicar alguns aspectos observados nos resultados mecânicos, especialmente a importância da ancoragem da fibra na matriz. Conforme Fig. 4.83, constata-se que a fibra de fato leva a um aumento da porosidade na mistura, que faz com que a um certo nível de cargas a fibra se desprenda da matriz.



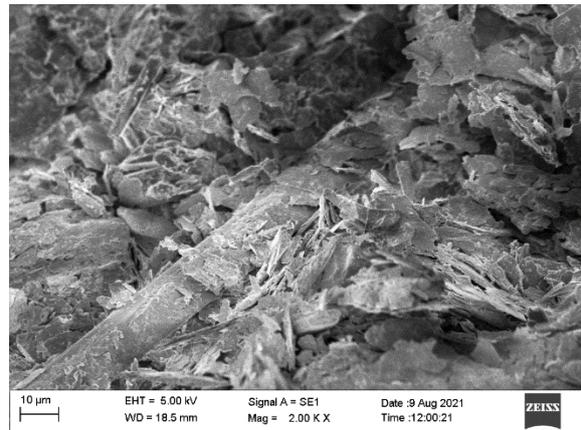
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.83. Microscopia eletrônica de varredura nos compósitos RPF.

Outro aspecto interessante de ser observado pelas análises de MEV é o efeito da granulometria na ancoragem das fibras. Oliveira *et al.* (2018) destaca que o reforço é mais eficiente para solos com menores teores de granulometria fina. Porém, no caso do compósito RPF, devido ao efeito do polímero em atuar sobre as partículas finas formando conglomerados, a granulometria do material é alterada. Isso faz com que a ancoragem das fibras seja mais eficiente nos compósitos RPF do que apenas no rejeito puro.

#### 4.5.3. MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (microCT)

A análise de micro tomografia possibilitou o entendimento do comportamento e da estrutura do compósito por diversos aspectos. A começar pela demonstração clara do efeito de borda que acontece nos corpos de prova. Na Fig. 4.84 são apresentadas capturas bidimensionais das amostras, nas quais foi utilizado um filtro de Al-Cu na amostra de rejeito puro e nenhum filtro para o compósito.

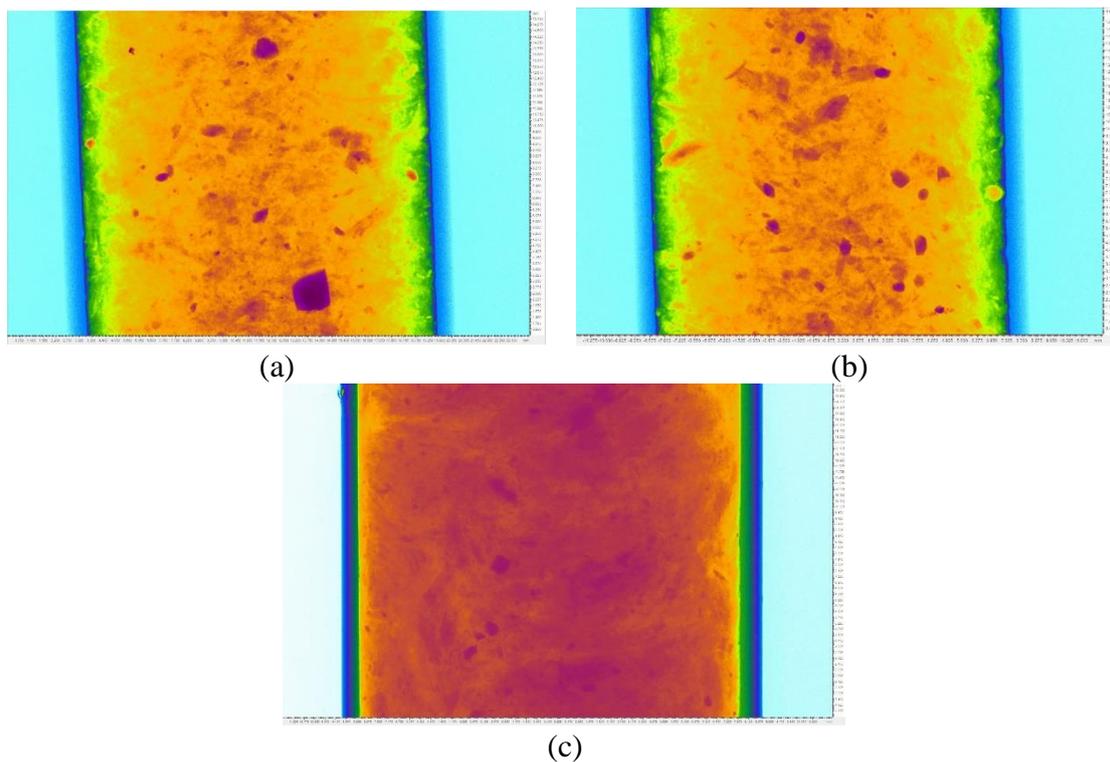


Figura 4.84. Captura bidimensional. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.

É possível perceber que na região próxima ao molde há uma menor densidade, indicado pelas cores azul, verde e amarelo, em ordem crescente. Fora da região de borda, aproximadamente 4,95% vezes da largura, observa-se que a amostra tem distribuição homogênea de densidade, indicado pela cor laranja, com clastos mais densos, em cor roxa.

Na imagem do RPF observa-se maior densidade gerada pela distribuição das fibras em todo o corpo de prova, mas também há a presença das inclusões em roxo. Por imagens bidimensionais capturadas é também possível observar os clastos identificados na análise de densidade, conforme Fig. 4.85.

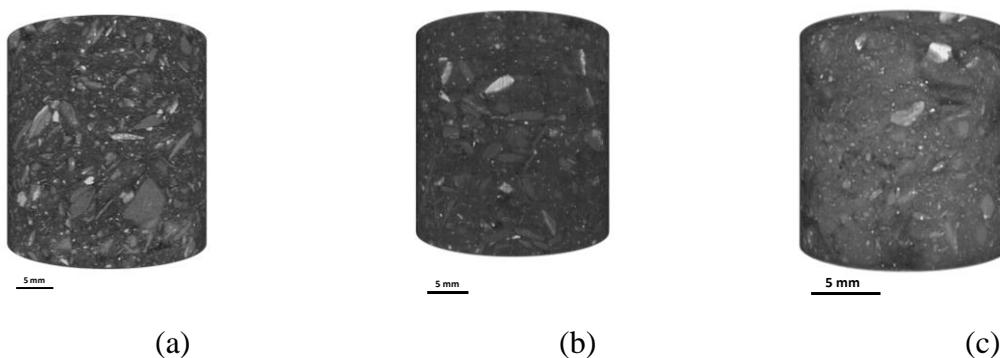


Figura 4.85. Imagens bidimensionais. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.

A análise bidimensional (2D) a partir da reconstrução das seções é interessante para avaliar a porosidade ao longo do corpo de prova. Nela é possível verificar três tipos de porosidade: total, aberta (interconectados) e fechada (sem conexão). Contudo, os poros abertos não são bem avaliados em análises bidimensionais, já que a conexão entre eles não é possível de ser verificada durante a reconstrução.

Os resultados da análise 2D, conforme Fig. 4.86, indicaram uma porosidade total de 7% a 10% para o rejeito puro, e valores bem mais baixos para o compósito RP, entre 0,5% e 1,5%. Já o RPF apresenta uma porosidade intermediária, com valores entre 3% e 5% aproximadamente.

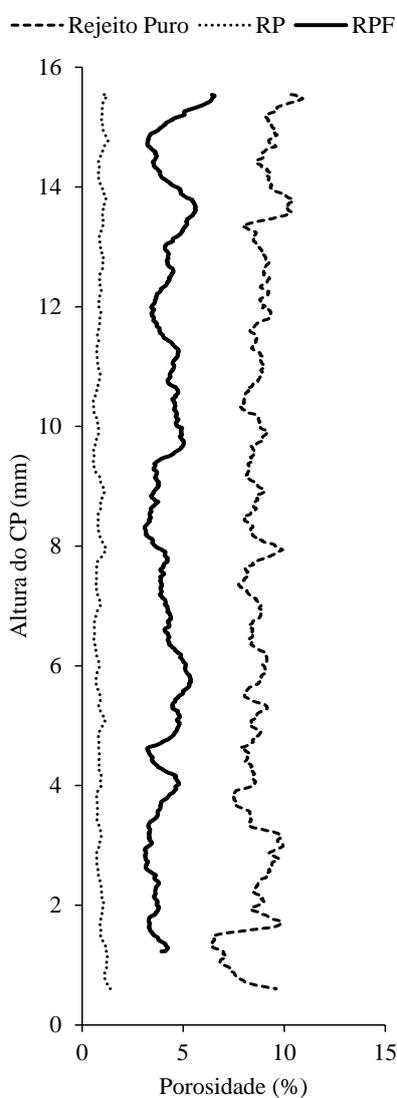


Figura 4.86. Análise bidimensional da porosidade para rejeito puro, RP e RPF.

O número de poros fechados encontrados nas amostras foi da ordem de 20 mil para o caso puro e uma média de 7 mil para o compósito, conforme Fig. 4.87. Esta análise mostra que o polímero atua com um efeito coesivo ao preencher os vazios na amostra e conectar as partículas, diminuindo ainda a permeabilidade do meio.

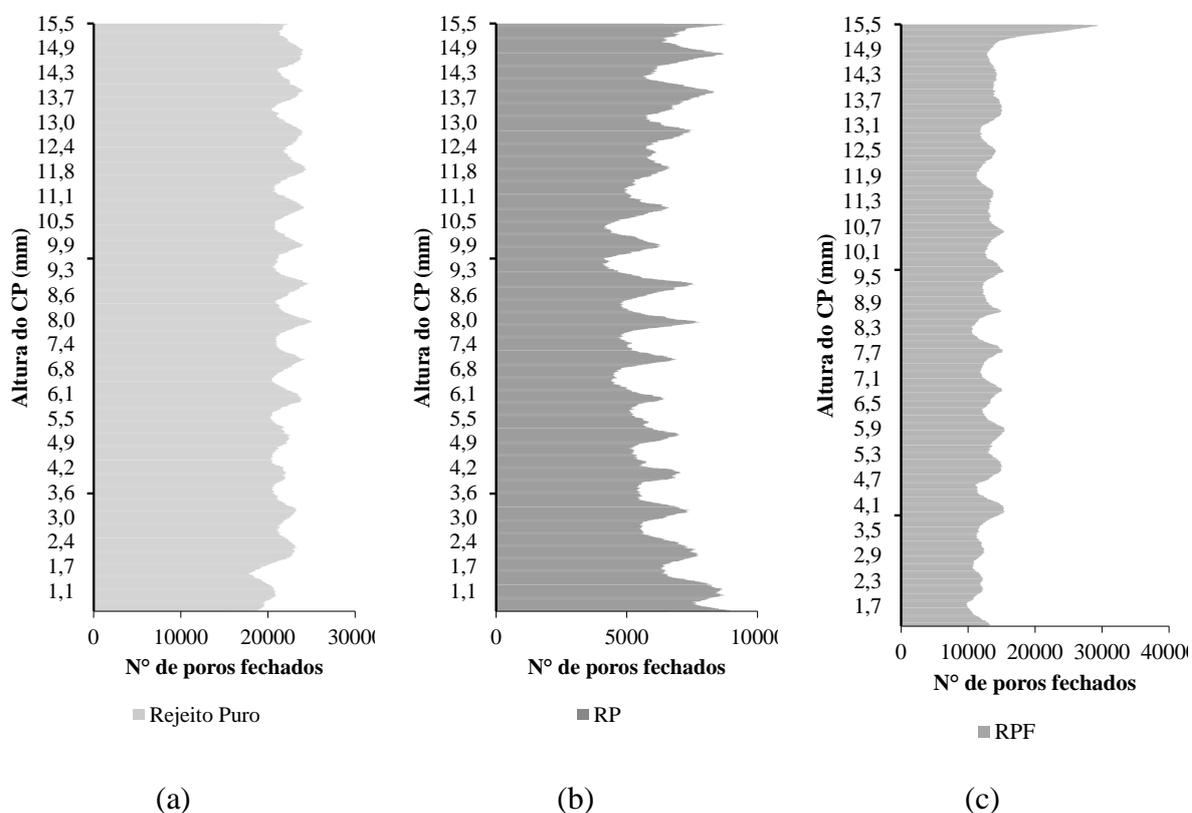


Figure 4.87. Número de poros fechados. (a) rejeito puro; (b) compósito RP; (c) compósito RPF.

Na análise tridimensional é possível avaliar os volumes de cada um dos componentes que constituem os materiais. No caso do rejeito puro existem: poros totais, matriz, clastos e minerais pesados. Nos compósitos RP e RPF, além dos elementos mencionados, existe a porção polimérica e a de fibra, respectivamente.

Os minerais pesados possuem uma densidade superior a  $3 \text{ g/cm}^3$  e encontram-se no rejeito, especialmente associados aos clastos. Uma discussão sobre a composição química destes minerais é apresentada nos resultados do ensaio de XRF. As imagens obtidas para cada um dos volumes são apresentadas nas Fig. 4.88, Fig. 4.89 e Fig. 4.90 para o rejeito puro, RP e RPF, respectivamente.

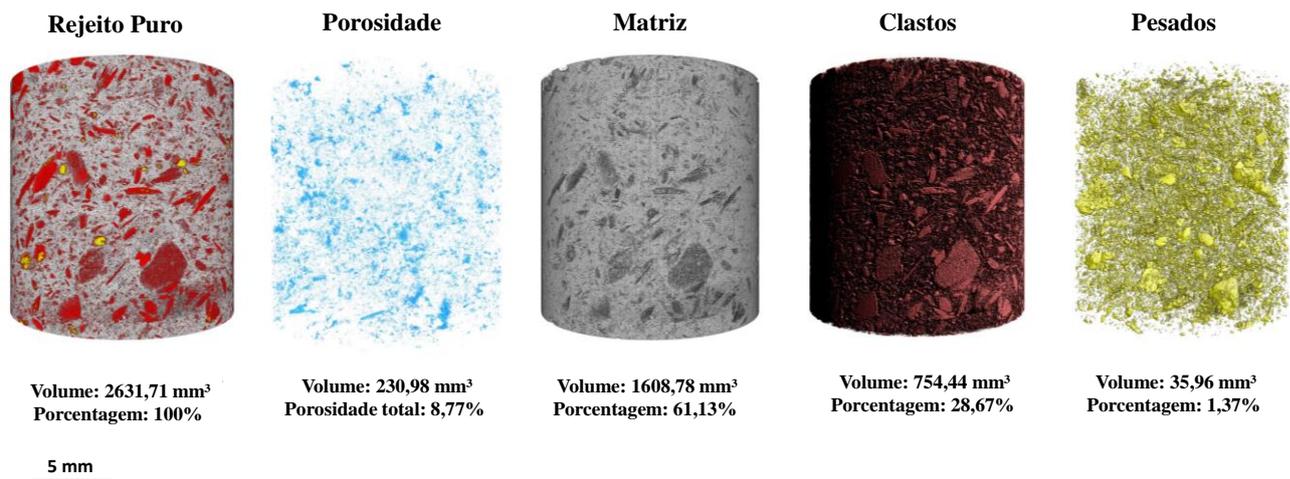


Figure 4.88. Análise tridimensional do rejeito puro.

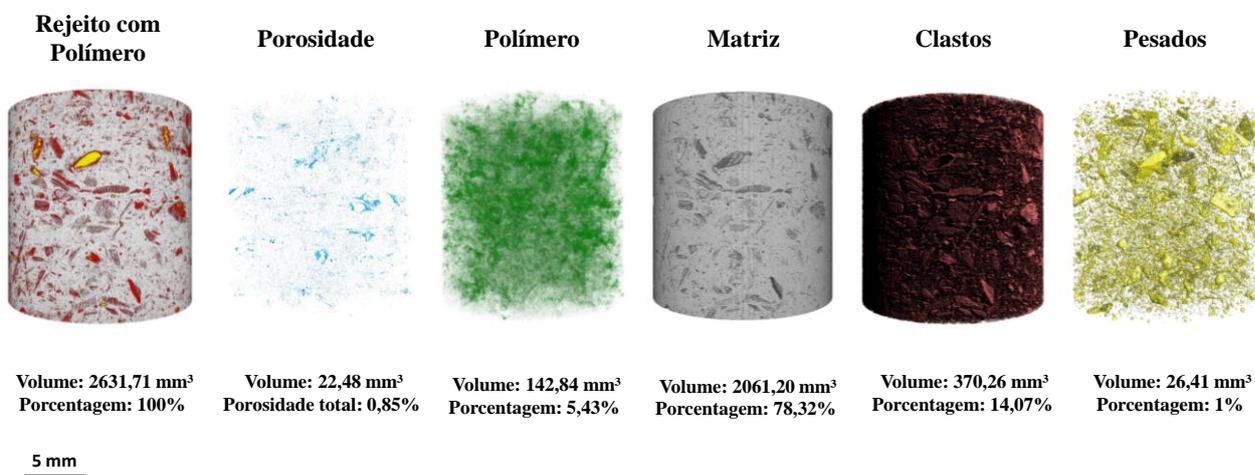


Figure 4.89. Análise tridimensional do compósito RP.

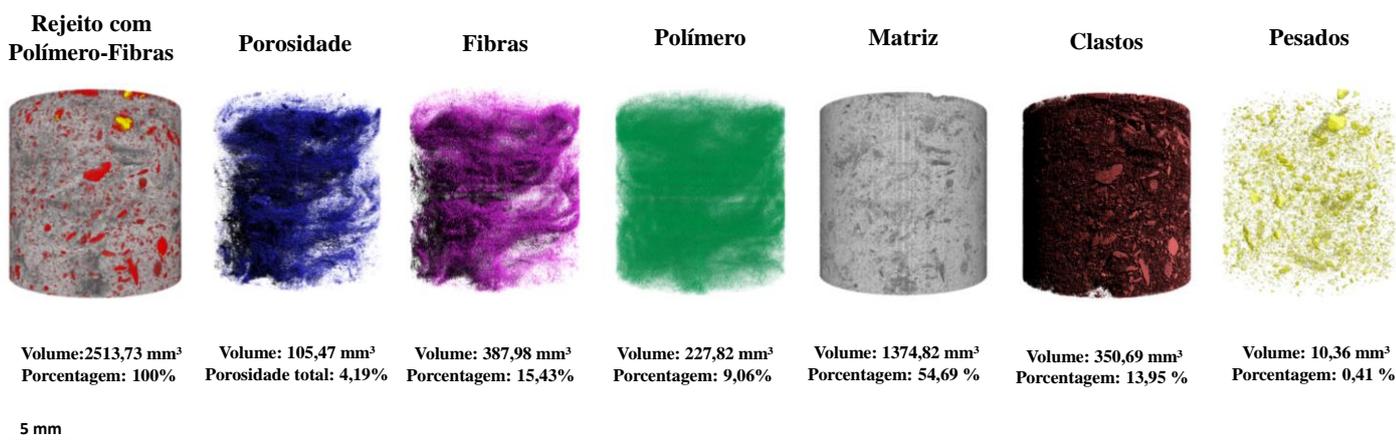


Figure 4.90. Análise tridimensional do compósito RPF.

A partir dos volumes determinados é possível ver uma redução da porosidade de 8,77% para 0,85% no caso do compósito RP, e um valor intermediário de 4,19% para o RPF. Na Tab. 4.26 são sumarizados os principais valores encontrados para cada um dos componentes.

Tabela 4.26. Porcentagem dos elementos encontrados na análise tridimensional.

Elementos	Material		
	Rejeito Puro (%)	RP (%)	RPF (%)
Porosidade	8,77	0,85	4,19
Matriz	61,13	78,32	54,69
Clastos	28,67	14,07	13,95
Pesados	1,37	1	0,41
Polímero	-	5,43	9,06
Fibras	-	-	15,43

Uma análise mais detalhada, apresentada na Fig. 4.91, mostra a distribuição dos poros abertos e fechados na amostra.

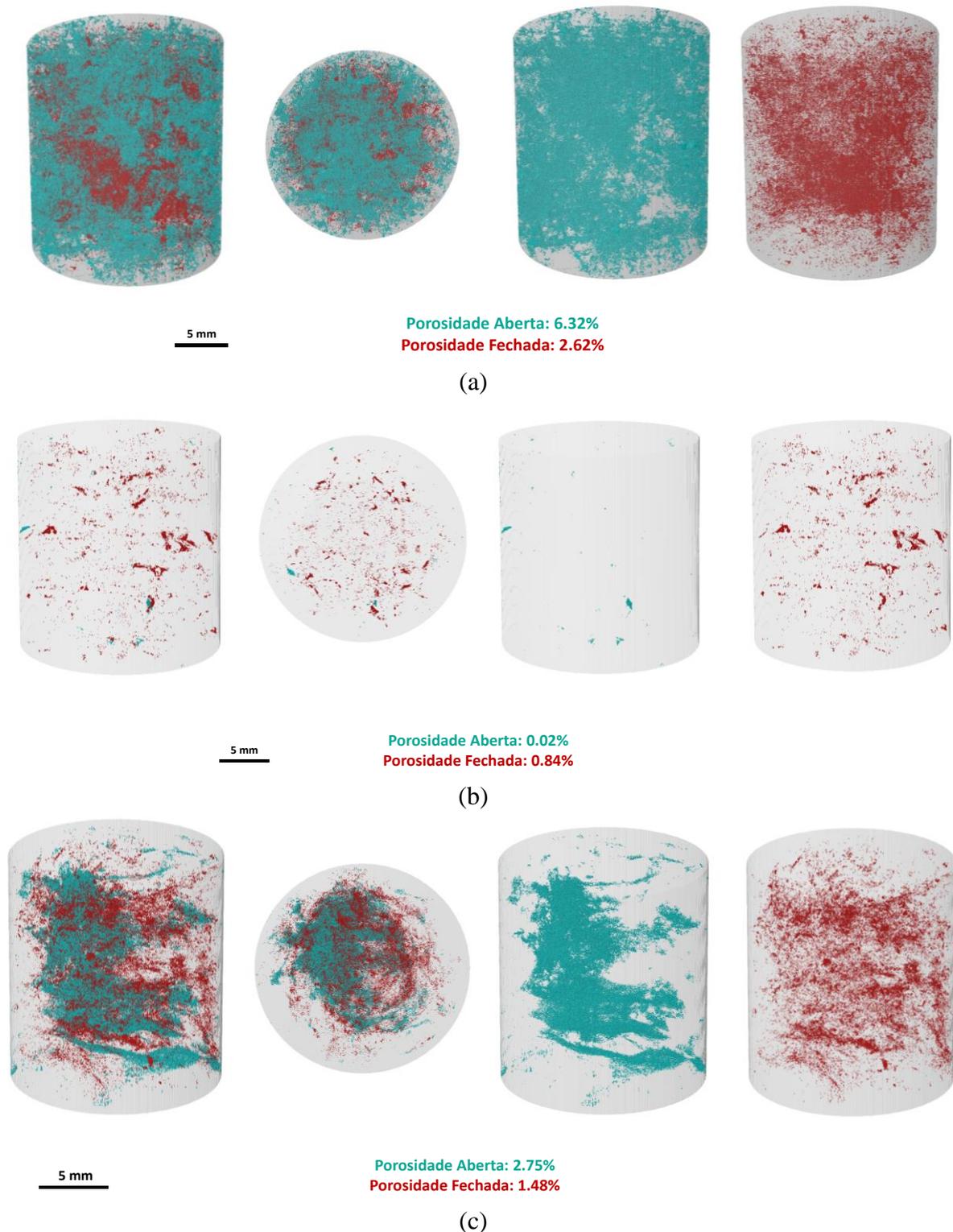


Figure 4.91. Distribuição da porosidade aberta e fechada. (a) rejeito puro; (b) RP; (c) RPF.

É interessante observar que no caso do rejeito puro a porosidade aberta está majoritariamente concentrada nas extremidades do corpo de prova, devido ao efeito de borda. Todos esses poros abertos e grande parte dos fechados são então preenchidos pelo polímero, restando apenas uma porosidade fechada de 0,84%. Já no compósito RPF, a porosidade aberta está relacionada a

distribuição das fibras, já que a inserção desse reforço aumenta os vazios do compósito. Ainda assim, os valores encontrados para a porosidade aberta de 2,75% e a fechada de 1,48% são inferiores ao rejeito puro, que possui 6,32% e 2,62%, respectivamente.

Além disso, redução na porosidade observada no compósito RP é equivalente ao volume de polímero encontrado, que é de 5,43%. Isto indica novamente que o polímero ocupa vazios da amostra. A partir dessa imagem é também possível ver a distribuição uniforme do polímero no corpo de prova, confirmando que o processo de mistura é adequado. A Fig. 4.92 mostra esse efeito em mais detalhes.

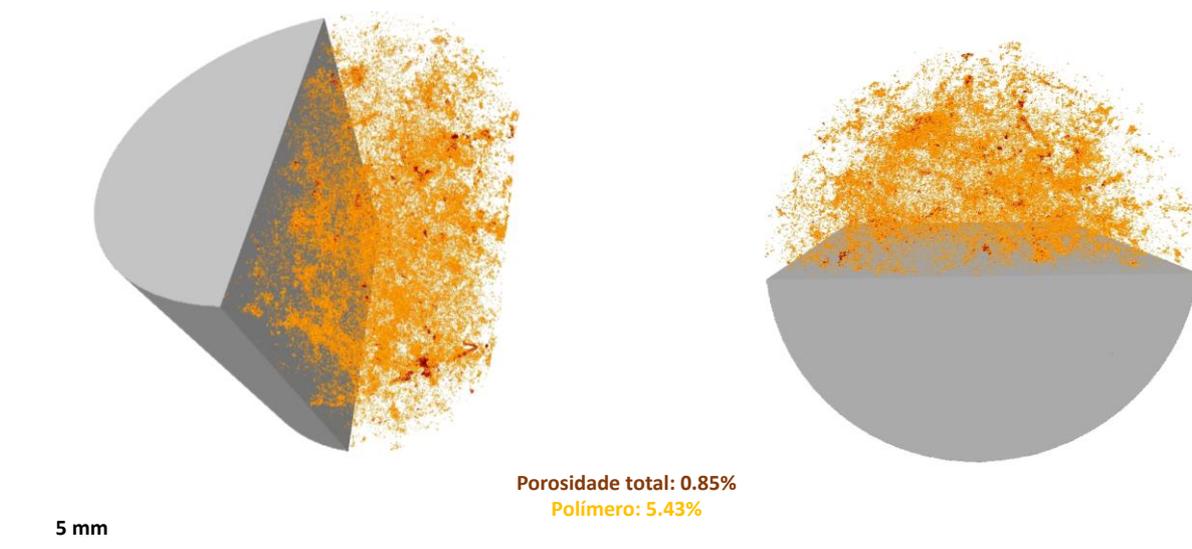


Figure 4.92. Comparação entre a porosidade total e a distribuição polimérica no compósito RP.

A distribuição dos poros é apresentada na Fig. 4.93. É encontrado que a maioria dos poros no rejeito puro (46,74%) tem uma dimensão entre 0,018-0,030 mm. No compósito RP, a maioria dos poros (74,20%) são menores, entre 0,006-0,018 mm. Já para o RPF, a maioria (51,20%) dos poros está no intervalo de 0,01753-0,02921 mm.

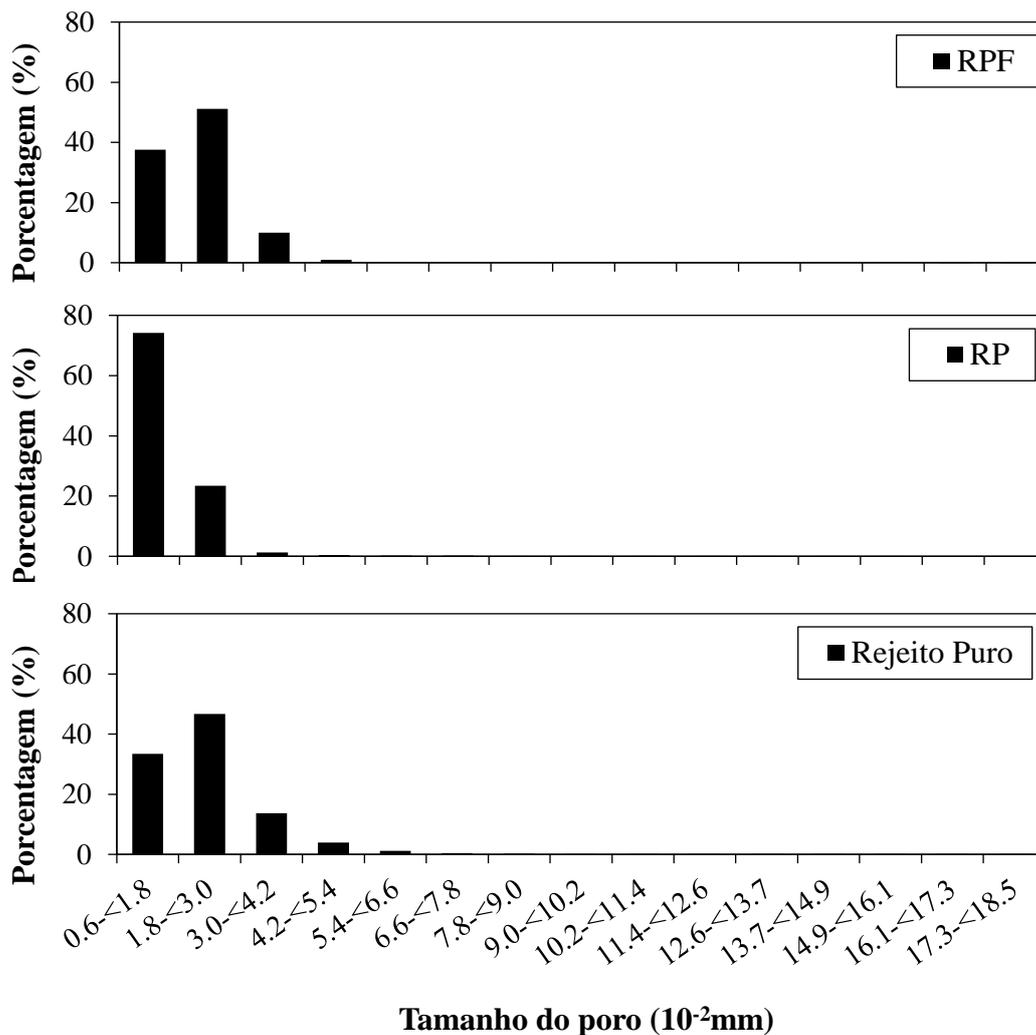


Figure 4.93. Distribuição do tamanho dos poros para o rejeito puro, RP e RPF.

Os metais pesados compõem 1% no compósito RP e 1,37% do rejeito puro. Uma vez que o polímero atua como um ligante, foi feita uma análise mais detalhada dos minerais pesados para avaliar se o polímero seria capaz de imobilizar estes elementos durante um processo de lixiviação.

De acordo com a Fig. 4.84, é possível observar que o polímero atua como uma barreira aos elementos pesados. Isto talvez possa gerar um efeito de imobilização a estes elementos. Esta é uma descoberta interessante do ponto de vista ambiental, uma vez que estes elementos podem conter metais pesados com potencial toxicológico.

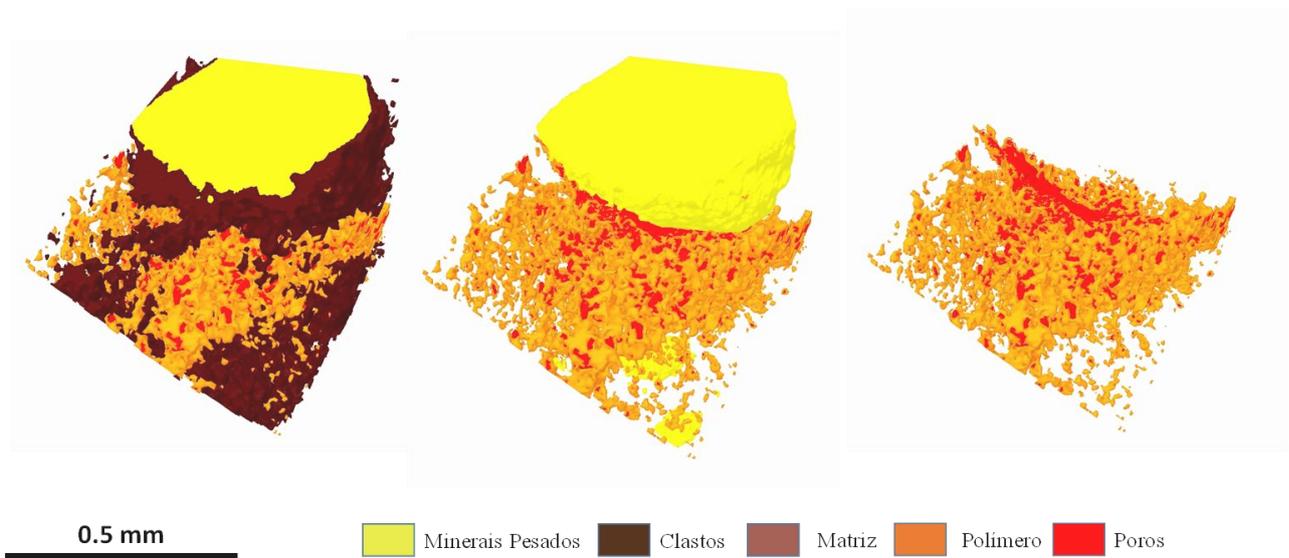


Figura 4.94. Imobilização dos elementos pesados.

Esse efeito de imobilização de metais pesados já foi relacionado a estabilização polimérica por alguns autores, por meio de ensaios de campo e laboratório (de Varannes *et al.*, 2011; Hataf *et al.*, 2018). Como exemplo, Tao *et al.* (2017) avaliou formas de imobilização de metais pesados em solos contaminados próximos a de minas de Zinco e Chumbo. Os autores concluíram que três estabilizadores poliméricos naturais reduziram as concentrações de cadmio e chumbo em 4,25-49,6% e 5,46-71,1%, respectivamente. Xu *et al.*, (2021) destaca que os polímeros são soluções atrativas neste sentido porque são solúveis em água, de baixo custo e ainda promovem uma melhoria nas condições de resistência. Associado a isso, a diminuição da permeabilidade reduz os riscos de processos erosivos que podem liberar estes elementos tóxicos.

Por fim, ainda pela Fig. 4.84, é interessante observar que o polímero se associa em grande parte com as partículas finas. Isso indica que de fato a disponibilidade de área superficial é importante para a adesão polimérica. A junção das partículas finas com o polímero foram então pequenas aglomerações que circundam os elementos de maior geometria. Essa maior atração com as partículas menores também é observada nos solos estabilizados com cimento e com pó de rocha, conforme destacado por Nakayenga *et al.* (2021).

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

---

Esta pesquisa avaliou o comportamento mecânico e microestrutural de um rejeito de minério de ouro estabilizado quimicamente com uma solução polimérica. Para isso, investigou-se o comportamento desse material associado ainda com cal e fibra. Dessa maneira, formou-se três compósitos: rejeito-polímero; rejeito-polímero-cal; e rejeito-polímero-fibra.

O rejeito de minério de ouro estudado tem como origem rochosa os filitos carbonosos, que são rochas metamórficas compostas majoritariamente por quartzo, muscovita e caulinita. Pelo alto teor de quartzo, este material é menos susceptível ao intemperismo químico, e por isso, o processo de beneficiamento atuou de forma física, fazendo apenas a fragmentação da rocha e transformando-a em uma granulometria fina.

Essa fragmentação, porém, leva a formação de novas superfícies a partir da ruptura de ligações de alta energia, e por isso, elas reagem espontaneamente com o meio a fim de abaixar o seu nível energético. Por esta razão é importante avaliar a reatividade da superfície dessas partículas com os fluidos utilizados, como por exemplo a solução polimérica que tem caráter aniônico.

Avaliou-se a natureza da interface mineral-solução polimérica (água e polímero). Nesta interface os fenômenos de adsorção acontecem devido a tendência de interação com outras espécies químicas existentes no fluido circundante. A adsorção pode ter uma natureza química, ocasionando a formação de novos compostos na superfície mineral, ou de natureza física, onde as forças eletrostáticas são predominantes.

Conforme foi avaliado, pelos três compósitos estudados, é possível que o processo de flotação que deu origem ao rejeito tenha alterado as condições de ionização da superfície das partículas. Essa modificação fez com que no pH ácido do rejeito elas estivessem com perfil catiônico e assim as forças de atração foram predominantes na interação com o polímero aniônico. O polímero atuou principalmente entre as partículas, conforme foi observado pelo MEV, formando pacotes lamelares especialmente com aquelas de menor granulometria.

Porém, quando o pH da mistura foi alterado pela inserção da cal hidratada, as forças predominantes passaram a ser de repulsão. Isso aconteceu porque o potencial zeta das partículas foi alterado, principalmente da fração de quartzo que é predominante no rejeito. Essa modificação é clara pelos resultados do pHmetro, onde apenas com a inserção de 1% de cal há uma mudança no pH de 6,7 para 12,59.

Além disso, outra hipótese complementar é que a reação exotérmica de hidratação da cal levou a um aumento da temperatura e degradação do rejeito, que pode ter atingido a sua temperatura de transição vítrea, conforme resultados da análise térmica.

Por outro lado, foram obtidos bons resultados para os compósitos RP e RPF, demonstrando a viabilidade dos materiais propostos. Com relação a caracterização física, obteve-se as seguintes conclusões:

- O ensaio de granulometria mostrou que o material possui tamanho de silte. Porém, o material não possui comportamento de material coesivo. Por isso, entende-se que a melhor forma de trabalhar com esses materiais é classificando-os como sedimentos rochosos;
- Como massa específica dos grãos obteve-se o valor de  $2,81 \text{ g/cm}^3$ . Contudo, sabe-se que esse deve ser um valor médio das partículas, já que o rejeito apresenta dois principais tipos de partículas: uma de granulometria mais fina, responsável pelo comportamento do material; e partículas maiores relacionadas aos minerais de maior densidade e que foram chamadas de clastos nas análises de microtomografia;
- O ensaio de compactação indicou que a inserção do polímero leva a um comportamento mais floculado do que o rejeito puro, analisando de acordo com a teoria proposta por Lambe (1986). Isso demonstrou ser verdadeiro inclusive quando há um aumento do teor de polímero, o que gera estruturas ainda mais floculadas, para um mesmo teor de umidade. Apesar disso, o teor de umidade ótima obtido foi o mesmo, o que indica que com o teor de água de 9% é suficiente para gerar uma estrutura dispersa;
- A curva de compactação também mostrou que há uma queda de 5% da umidade ótima do rejeito puro para os compósitos RP e também na massa específica. Essa queda deve-se também à floculação da estrutura gerada pelo polímero e também foi observada por outros autores (Silva, 2020; Carneiro, 2020);
- A estabilização polimérica se mostrou uma alternativa interessante para criar um efeito cimentante entre as partículas e criar compósitos com propriedades mecânicas superiores à matriz de rejeito.

A análise da composição mineralógica do rejeito de minério de ouro demonstrou que:

- Os resultados do DRX constataram os minerais da rocha que deu origem ao rejeito, sendo eles o quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), minerais muscovita ( $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ ) e a caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ );

- No caso dos compósitos RP o DRX também identificou a Gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Na realidade não houve a formação de um novo mineral. Essa resposta é decorrente de uma comparação feita com a estrutura do polímero ao banco de dados do software utilizado para classificação dos minerais;
- Os ensaios de XRF mostraram os elementos existentes no rejeito puro, sendo Si (53%); Al (21%); K (13%); Fe (9%); Ti (0.877%); Ba (0.805%); S (0.497%); As (0.255%); Zr (0.068); Rb (0.061%); Mn (0.048%); Cr (0.038%); Zn (0.020%); Sr (0.019%); e Sr (0.019%). Dentre eles, existem 1% de metais pesados, sendo eles Ti, As, Mn, Cr, Zn e Sr. Essa mesma porcentagem foi obtida nos resultados de microtomografia.

Avaliando os aspectos de resistência a compressão simples para os diferentes teores poliméricos, concluiu-se que:

- Há um valor máximo para o qual a inserção de polímero já não traz mais benefícios à RCS. Por isso adotou-se os teores de 6% (solução com 40% de polímero) e de 9% (solução com 60% de polímero);
- Os resultados dos ensaios de compressão simples no compósito RP demonstraram que melhores valores de RCS foram obtidos para o teor de 9% de polímero. A análise estatística conduzida demonstrou que todos os fatores controláveis são significativos, sendo os três mais relevantes para esse compósito o tempo de cura, seguido da massa específica e do teor polimérico;
- A massa específica é um fator muito importante para os compósitos pois uma estrutura mais concentrada entre as partículas é essencial para o efeito cimentante gerado pelo polímero;
- Aos sete dias de cura observou-se que há um valor máximo de RCS atingido pelos compósitos. Esse limite é proveniente da contribuição do polímero aos sete dias ser limitada a um valor máximo, já que ele ainda está em processo de cura;
- A análise de interação do teor de polímero com o tempo de cura para 28 dias mostrou que a RCS tem comportamento exponencial. Apesar disso, sabe-se que isso só é verdade para a faixa de valores analisada, já que com o teor de polímero de 12% não houve crescimento na RCS;
- Essa mesma interação para os compósitos RPC demonstrou que para a faixa de valores analisada há uma queda da RCS com o aumento do teor polimérico. Esse fato é decorrente do aumento das forças de repulsão que acompanham um maior teor de polímero;

- Com a inserção de fibras, observou-se uma clara melhoria no comportamento dúctil do material. Pelos resultados de compressão simples, constata-se que após a tensão de pico o material continua resistindo as deformações sem queda nas tensões. Isso porque as fibras começam a ser solicitadas a tração e a resistir os esforços;
- A análise estatística dos fatores controláveis demonstrou que todos eles são significativos, exceto o teor de polímero. De fato, um maior teor polimérico não levou a significativos incrementos aos valores de RCS;
- Para os compósitos RPF constatou-se que o teor de 6% é suficiente para atingir os mesmos patamares de resistência que o teor de 9% de polímero. Do ponto de vista prático seria então recomendado o uso de soluções de 40% para os rejeitos reforçados;
- Uma análise dos fatores mais significativos para o compósito RPF mostrou que a interação tempo de cura e massa específica é a mais relevante. Isso parece claro já que o tempo de cura é essencial para a contribuição do polímero e a massa específica auxilia na ancoragem da fibra e no efeito polimérico. Desta maneira existe então dois efeitos que se beneficiam pelo aumento da massa específica.

A partir da análise dos ensaios de cisalhamento direto concluiu-se que:

- As envoltórias de ruptura poderiam ser bilineares. Porém, essa constatação não foi comprovada já que seria necessário a avaliação de pelo menos mais uma tensão normal;
- Para os compósitos RP houve um aumento significativo do intercepto coesivo comparado ao rejeito puro. A amostra com maior tempo de cura e maior massa específica atingiu um valor de 110,70 kPa para o intercepto coesivo. Já o ângulo de atrito não sofreu grandes modificações entre os compósitos;
- É importante destacar que este intercepto coesivo é na verdade uma abstração matemática, já que não é de fato a coesão existente entre as partículas. Esse valor obtido reflete um valor de coesão médio do compósito, que abrange as relações partículas-partículas, partículas-água e partículas-polímero;
- Já para o compósito RPC também houve um aumento do intercepto coesivo com relação ao rejeito puro, porém menor que para o caso do RP. O valor obtido para o valor máximo de tempo de cura e massa específica foi de 81,75 kPa. O ângulo de atrito também não sofreu alterações;
- Para o compósito RPF obteve-se os maiores valores de intercepto coesivo, sendo 188,36 kPa aos 28 dias para a massa específica de 1,8 g/cm<sup>3</sup>. Houve um suave aumento no ângulo de atrito, provavelmente causado pelo efeito da ancoragem das fibras;

- No caso dos compósitos RPF avaliou-se a aplicação da metodologia proposta por Zornberg (2002) para obtenção da envoltória de ruptura. A partir do cálculo da tensão crítica, pela formulação apresentada pelo autor, concluiu-se que o mecanismo de ruptura das fibras se dá pelo arrancamento delas da matriz.

Obteve-se também o módulo cisalhante inicial para os corpos de prova investigados. A partir desses dados, concluiu-se que:

- O módulo cisalhante inicial indicou que houve um aumento da rigidez do material com o teor polimérico e também com o tempo de cura;
- As análises dos corpos de prova de compressão simples para o RP mostram que a variável tempo de cura é a mais significativa para os valores do módulo. Já para os corpos de prova menores, o teor de solução é mais significativo;
- Para os compósitos RPC, os corpos de prova de compressão simples foram mais influenciados pela massa específica e os de cisalhamento pelo teor de solução. Já para os compósitos RPF em ambos os corpos de prova a maior influência foi da massa específica;

A análise da sucção total demonstrou que:

- Os compósitos apresentam valores próximos para os mesmos teores de umidade. Isso indica que o aumento de resistência nos compósitos ocorre pela inserção do polímero e pelo ganho de sucção;
- Contudo, como os valores de sucção foram próximos para os compósitos analisados, observa-se que a variação no ganho de resistência está associada ao efeito coesivo dado pelo polímero, comprovado pelos ensaios de resistência.

Foi proposto nesta tese avaliar a existência de um parâmetro chave que controle o comportamento dos compósitos, a partir dos resultados mecânicos. Para isso, considerou-se a razão porosidade pelo teor polimérico. Por essa análise, concluiu-se que:

- Há uma curva única para obter os valores de RCS para os compósitos RP, com um  $R^2$  de 0,96 para o tempo de cura de 28 dias;
- Foi possível também relacionar a mesma razão com os valores absolutos da tensão normal subtraída da tensão cisalhante de pico, com um  $R^2$  de 0,80, indicando uma boa aproximação dos dados;

- Para o compósito RPC as mesmas relações puderam ser demonstradas, a um  $R^2$  de 0,64 para a curva normalizada;
- Para o compósito RPF as relações foram obtidas para os períodos de cura de 7 e 28 dias, sendo que a normalização só se mostrou eficiente para o maior tempo de cura;

A partir da análise microestrutural do material concluiu-se que:

- As análises de microscopia ótica conseguem identificar o polímero, porém não é a melhor alternativa para caracterização do material. Porém foi possível observar a atração natural existente entre as fibras de polipropileno e as partículas do rejeito;
- Já a MEV mostrou que o rejeito possui estrutura isotextural lamelar, orientada de forma aleatória e com estrutura rigidamente empilhadas;
- A análise de TGA/DTA mostrou os eventos endotérmicos e exotérmicos que acontecem na amostra. Foi possível caracterizar a transição vítrea do polímero em aproximadamente  $100^{\circ}\text{C}$ , a fusão em aproximadamente  $400^{\circ}\text{C}$  e a ebulição próxima a  $600^{\circ}\text{C}$ ;
- O polímero se associa principalmente as partículas mais finas do rejeito, sendo elas então responsáveis pelo controle do comportamento do mecânico do material estabilizado.
- Pelos resultados da microtomografia também foi possível avaliar o efeito de borda existente nos corpos de prova. Para as três amostras analisadas (RO, RP e RPF) obteve que o efeito de borda é 4,95% da largura da seção transversal;
- Os resultados de microtomografia também mostraram que há nas amostras dois tipos de vazios: abertos, que são conectados; e os fechados, sem conexão. No caso do compósito RP os vazios abertos foram preenchidos pelo polímero, diminuindo assim a permeabilidade do meio;
- Para os compósitos RPF houve um aumento da porosidade, devido a inserção das fibras. Foi também observado pelo MEV que esse aumento da porosidade é gerado pela própria inserção da fibra, que retira espaços para imbricamento dos grãos;
- Pela microtomografia também foi possível perceber que o processo de mistura do polímero com o rejeito foi eficiente, já que há uma distribuição homogênea em toda a amostra;
- Também se constatou que os minerais mais pesados estão associados aos clastos que existem na amostra. O que faz sentido, já que devido a sua maior resistência eles não

foram fraturados durante o processo de redução granulométrico na etapa de beneficiamento mineral;

- Observou-se que esses minerais pesados podem ser imobilizados pelos polímeros já que a associação do estabilizante aos finos gera uma barreira a esses clastos. Essa é uma constatação interessante pois colabora com as pesquisas para o rejeito de minério de ouro que também visam reduzir seu potencial toxicológico;

Há muito o que se investigar relacionado aos fenômenos interfaciais que ocorrem nos rejeitos, especialmente para que seja possível propor alternativas a esses materiais e embasar a Mecânica dos Rejeitos. Contudo, acredita-se que esta tese contribuiu para o entendimento tanto do rejeito de minério de ouro no estado puro, quanto estabilizado, de maneira nunca antes tratada na literatura.

Um dos principais pontos observados nesta Tese foi a análise dos efeitos de tempo de cura, massa específica e teor polimérico. A partir disso, foi possível propor uma relação única que avalia o comportamento mecânico do material a excelentes níveis de confiabilidade.

Além disso, foi possível comprovar que alternativas que funcionam para os materiais argilosos, como o uso de cal hidratada, não gera bons resultados com o rejeito. Isso contribuiu não só para o entendimento do material, como também para aplicações em campo, já que na prática é uma solução conjunta proposta ao polímero para solos finos.

Tratando de aplicações de engenharia, entende-se que o polímero aqui estudado é viável inclusive para grandes áreas. Recomenda-se que especificamente para o rejeito aqui estudado seja utilizado um teor polimérico de 9%. Isto é, aplicar uma solução de 60% na umidade ótima de 15%. Esta foi a condição que trouxe mais benefícios do ponto de vista mecânico e também microestrutural, a partir do qual pode-se concluir uma também redução da permeabilidade.

Como recomendações construtivas, sabe-se que sua aplicação é simples. Como o solvente é a água, o equipamento necessário para aplicação é apenas um caminhão espargidor, veículo comum em obras geotécnicas. No caso do uso das fibras, a mistura seria feita antecipadamente ao rejeito por meio de um gradeamento. As demais etapas executivas são as já estabelecidas para a compactação dos solos.

## **6. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS**

- Realizar o ensaio de Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para melhor caracterização da composição do polímero;
- Realizar a saturação dos corpos de prova por capilaridade, para eliminar o efeito da sucção no ganho de resistência dos corpos de prova;
- Para as amostras não saturadas fazer o acompanhamento da sucção por meio da técnica do papel filtro em todas as amostras ensaiadas;
- Obter o potencial zeta do rejeito puro em diferentes valores de pH;
- Avaliar o teor de fibras ótimo para os compósitos rejeito-polímero;
- Realizar ensaios para avaliação do comportamento hidráulico e ambiental do material;
- Avaliar modelos constitutivos que sejam adequados os rejeitos de mineração.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016) NBR 12770: Solo coesivo – Determinação da resistência à compressão não confinada – Método de ensaio, Rio de Janeiro, RJ.
- ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016) NBR 7181: Solo – Análise granulométrica, Rio de Janeiro, RJ.
- ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016) NBR 7182: Solo – Ensaio de Compactação, Rio de Janeiro, RJ.
- AMORIM, E. F. (2007) Efeitos do Processo de Deposição Hidráulica no Comportamento de um Rejeito de Mineração de Ouro. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Geotecnia, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 125 p.
- ALMEIDA, B. S. (2009) Geoquímica dos Filitos Carbonosos do Depósito Morro do Ouro, Paracatu, Minas Gerais. Dissertação de Mestrado, Instituto de Geociências, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 93 p.
- ASTM, American Society for Testing and Materials (2011) D3080: Standard Test Method for Direct Shear Test of Soils Under Consolidated Drained Conditions.
- ASTM, American Society for Testing and Materials (2012) D1557-12e1: Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Modified Effort.
- ASTM, American Society for Testing and Materials (2014) D5550: Standard test method for specific gravity of soil solids by gas pycnometer.
- AZEVEDO, I. C.D. & MARQUES, E.A.G. (2002) Introdução à Mecânica das Rochas. Viçosa: UFV.
- BACHINI, M.S., ISMAIL, A., NASERALAVI, S.S. & FIROOZI, A.A. (2016) Performance Evaluation of Road Base Stabilized with Styrene-Butadiene Copolymer Latex and Portland Cement. Elsevier, Construction and Building Materials, 16p.
- BEDIN, J., SCHNAID, F., DA FONSECA, A. V. & COSTA FILHO, L. D. M. (2012) Gold tailings liquefaction under critical state soil mechanics. Géotechnique, 62(3):263-267.
- CAMAPUM DE CARVALHO, J., CRISPEL, J., MIEUSSENS, C. & NARDONE, A. (1987) Reconstituição de Corpos de Prova em Laboratório – teoria e prática operacional. Ministério de Equipamentos, de Habitação, Planejamento Regional dos Transportes. Toulouse, França.
- CASAGRANDE, M. D. T. (2005) Comportamento de solos reforçados com fibras submetidos a grandes deformações. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 219 p.
- CARNEIRO, A. A. (2020) Comportamento Mecânico de um Rejeito de Minério de Ferro Estabilizado com Polímero e do Compósito Rejeito-Polímero Reforçado com Fibras de Polipropileno. Tese de Doutorado, Programa de Pós Graduação em Geotecnia, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 164 p.
- CARVALHO, N. L. N. (2018) Avaliação dos coletores e depressores na flotação do minério sulfetado de chumbo e zinco de morro agudo. Monografia, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, 70p.

- CHANG, N., HEYMANN, G. & CLAYTON, C. (2011) The effect of fabric on the behavior of gold tailings. *Geotechnique*, 61(3): 187-197.
- CLOUGH, G. W., RAD., N. S., BACHUS, R.C., & SITAR, N. (1981) Cemented sands under static loading. *Journal Geotech. Engrg. Div.*, 107(6): 799-817.
- CINTRA, J. C. & AOKI, N. (2013) Projeto de fundações em solos colapsíveis. EESC-USP, São Carlos, SP.
- CONSOLI, N. C., PRIETTO, P.D.M., ULBRICH, L.A. (1999) The behaviour of a fibre-reinforced cemented soil. *Ground Improvement*, 3, 21-30.
- CONSOLI, N. C., FOPPA, D., FESTUGATO, L. & HEINECK, K. S. (2007) Key Parameters for Strength Control of Artificially Cemented Soils. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 133(2): 9 p.
- CONSOLI, N.C., LOPES JR., L. S. & HEINECK, K. S. (2009a) Key Parameters for the Strength Control of Lime Stabilized Soils. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 21(5):210-216.
- CONSOLI, N. C., VENDRUSCOLO, M. A., FONINI, A. & ROSA, F. D. (2009b) Fiber reinforcement effects on sand considering a wide cementation range. *Geotextiles and Geomembranes*, 27 (2009): 196-203.
- CONSOLI, N.C, DALLA ROSA, A. & SALDANHA, R.B. (2011a) Variables governing strength of compacted soil-fly ash-lime mixtures. *Journal of Materials in Civil Engineering*. 23: 432-440.
- CONSOLI, N. C., ZORTÉA, F., SOUZA, M. & FETUSGATO, L. (2011b) Studies on the Dosage of Fiber-Reinforced Cemented Soils. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 23:1624-1632.
- CONSOLI, N. C., MORAES, R. R. & FESTUGATO, L. (2012) Parameters Controlling Tensile and Compressive Strength of Fiber-Reinforced Cemented Soil. *Journal of Materials in Civil Engineering*. 25 p.
- CONSOLI, N. C., NIERWINSKI, H. P., SILVA, P. A. & SOSNOSKI, J. (2017) Durability and strength of fiber-reinforced compacted gold tailings-cement blends. *Geotextiles and Geomembranes*, 2017: 1-5.
- CURSIO, D. S. (2001) Comportamento de vigas de concreto armado reforçadas com fibras de carbono. Dissertação de mestrado. Universidade Federal Fluminense. Niterói, 2001.
- DE VARANNES, A., QU, G., CORDOVIL, C., GONÇALVES, P. (2011) Soil quality indicators response to application of hydrophilic polymers to soil from a sulfide mine. *Journal Hazard Materials*, 192 (3), 1836-1841.
- DIAMBRA, A., FESTUGATO, L., IBRAIM, E., da SILVA, A.P. & CONSOLI, N.C. (2018) Modelling tensile/compressive strength ratio of artificially cemented clean sand. *Soils and Foundations*, 58:119-211.
- ENDO, T. (1980) Effect of Tree Roots upon the Shear Strength of Soil. Forest Management Division, Hokkaido Branch, Forest and Forestry Products Research Institute. Disponível em: [https://www.jircas.go.jp/sites/default/files/publication/jarq/14-2-112-115\\_0.pdf](https://www.jircas.go.jp/sites/default/files/publication/jarq/14-2-112-115_0.pdf); Acesso em: 07 de agosto de 2021.

- FAHEY, M., HELINSKI, M. & FOURIE, A. (2009) Some aspects of the mechanics of arching in backfilled stopes. *Canadian Geotechnical Journal*, 46(11):1322-1336.
- FESTUGATO, L., FOURIE, A. & CONSOLI, N. C. (2013) Cyclic shear response of fibre-reinforced cemented paste backfill. *Géotechnique Letters*, 3:5-12.
- FESTUGATO, L., CONSOLI, N. C. & FOURIE, A. (2015) Cyclic Shear Behaviour of fibre-reinforced mine tailings. *Geosynthetics Internacional*, 2: 11p.
- GCASAMBA, S. P., RAMASENYA, K., EKOLY, S. & VADAPALLI, V. R. K. (2019) A laboratory investigation on the performance of South Africa acid producing gold mine tailings and its possible use in mine reclamation. *Journal Environmental Science and Heatl, Part A*, 10 p.
- GIACOMINI, N. P. (2003) *Compósitos reforçados com fibras naturais para indústrias automobilísticas*. Dissertação de Mestrado. Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP.
- GRAY, D.H. & AL-REFEAI, T. (1986) Behavior of fabric-versus fiber-reinforced sand. *Journal of Geotechnical Engineering*, 112(8).
- GRAY, D.H. & OHASHI, H. (1983) Mechanics of fiber reinforced in sand. *Journal of Geotechnical Engineering*, 109(3).
- HATAF, N., GHADIR, P., RANJIBAR, N. (2018) Investigation of soil stabilization using chitosan biopolymer. *Journal of Cleaner Production*, 170, 1493-1500.
- HELINSKY, M., FAHEY, M. & FOURIE, A. (2011) Behavior of cemented paste backfilling two mine stopes: measurement and modelling. *Journal of Geotechnical and Environmental Engineering*, 137(2): 171-182.
- HUANG, J., KOGBARA, R.B., HARIHARAN, N., MASAD, E.A. & DALLAS, N.L. (2021) A state-of-the-art review of polymers used in soil stabilization. *Construction and Building Materials*, 305.
- IBGM (2019) *A Mineração de Ouro no Brasil*. Instituto Brasileiro de Gemas & Metais Preciosos. Disponível em: <https://ibgm.com.br/a-mineracao-de-ouro-no-brasil/>; Acesso em: 01 de novembro de 2020.
- IBRAM (2016) *Gestão e Manejo de Rejeitos da Mineração*. Instituto Brasileiro de Mineração. Disponível em: <http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00006222.pdf>; Acesso em: 7 de novembro de 2020.
- INCE, C. (2019) Reusing gold-mine tailings in cement mortars: Mechanical properties and socio-economic developments for the Lefke-Xeros area of Cyprus. *Journal of Cleaner Production*, 238 (2019): 11p.
- JIGHEH, H. S., BAGHERI, M., AMANI-GHADIM, A. R. (2019) Use of hydrophilic polymeric stabilizer to improve strength and durability of fine-grained soils. *Cold Regions Science and Technology*. 157:187-195.
- JOHNSTON, C.D. (1994) Fiber-reinforced cement and concrete. *Advances in concrete Technology*, 2:603-673.
- KELLER, W.D., REYNOLDS, R.C. & ATSUYUKI, I. (1986) Morphology of clay minerals in the smectite-to-illite conversion series by scanning electron microscopy. *Clays and Clay Minerals*, 34(2):187-197.

- KIVENTERA, J., PIEKKARI, K., ISTERI, V., OHENOJA, K., TANSKANEN, P. & ILLIKAINEN, M. (2019) Solidification/stabilization of gold mine tailings using calcium sulfoaluminate-belite cement. *Journal of Cleaner Production*, 239 (2019): 8 p.
- KOLAY, P. K., DHAKAL, B., KUMAR, S. & PURI V. K. (2016) Effect of Liquid Acrylic Polymer on Geotechnical Properties of Fine-Grained Soils. *Int. J. of Geosynth and Ground Eng.* 2(29): 9 p.
- LAMBE, T.W. & WHITMAN, R.V. *Soil Mechanics*. New York. J Wiley.
- LATIFI, N., HORPIBULSUK, S., MEEHAN, C L., MAJID, M Z. A. (2017) Improvement of Problematic Soils with Biopolymer – An Environmentally Friendly Soil Stabilizer. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 29(2).
- LI, W., COOP, M. R., SENETAKIS, K. & SCHNAID, F. (2018) The mechanics of a silt-sized gold tailing. *Engineering Geology*, 241(2018): 97-108.
- LIU, J. BAI, Y., SONG, Z., LU, Y., QIAN, W. & KANUNGO, D. P. (2018) Evaluation of Strength Properties of Sand Modified with Organic Polymers. *Polymers*, 10: 287 p.
- MAHER, M. & GRAY, D.H. (1990) Static Response of Sands Reinforced with Randomly Distributed Fibers. *Journal of Geotechnical Engineering*, 116(11).
- MAHER, M. & HO, Y.C. (1993) Behavior of fiber-reinforced cemented sand under static and cyclic loads. *ASTM Internacional*, 16(3).
- MENEZES, S. O. (2013) *Rochas: manual fácil de estudo e classificação*, 1 ed., Oficina de Textos, São Paulo, SP.
- MICHALOWSKI, L. & ZHAO, A. (1996) Failure of fiber-reinforced granular soils. *Journal of Geotechnical Engineering*, 226.
- MOHAMED, A. S. W. (2004) *Stabilization of Desert Sand Using Water-Borne Polymers*. Thesis, United Arab Emirates University, Abu Dhabi, p. 437. Disponível em: [https://scholarworks.uaeu.ac.ae/cgi/viewcontent.cgi?article=1440&context=all\\_theses](https://scholarworks.uaeu.ac.ae/cgi/viewcontent.cgi?article=1440&context=all_theses); Acesso em: 17 de julho de 2021.
- MME (2009) *Perfil do Ouro. Relatório Técnico*. Ministério de Minas e Energia – MME. Disponível em: [http://www.mme.gov.br/documents/36108/448620/P19\\_RT28\\_Perfil\\_do\\_Ouro.pdf/9c42503d-4270-67fb-4a57-5d88fd53fdee?version=1.0](http://www.mme.gov.br/documents/36108/448620/P19_RT28_Perfil_do_Ouro.pdf/9c42503d-4270-67fb-4a57-5d88fd53fdee?version=1.0); Acesso em: 01 de novembro de 2020.
- MIRZABABAEI, M., ARULRAJAH, A. & OUSTON, M. (2017) Polymers for stabilization of soft clay soils. *Elsevier, Procedia Engineering*, 8 p.
- NAENI, S. A. & GHORBANALIZADEH, M. (2010) Effect of wet and dry conditions on strength of silty sand soils stabilized with epoxy resin polymer. *Journal of Applied Sciences*, 10(22): 2839-2846.
- NAKAYENGA, J., CIKMIT, A.A., TSUCHIDA, T., HATA, T. (2021) Influence of stone powder content and particle size on the strength of cement-treated clay. *Construction and Building Materials*, 305.
- OKONTA, F. (2019) Pavement geotechnical properties of polymer modified weathered semi-arid shale subgrade. *International Journal of Pavement Research and Technology*. 12(1): 64-63.

- OLIVEIRA, C., SILVEIRA, N. P., RUBIO, J. (2010) Polymer Structural and Surface Charge Characterization on Particles Flocculation. 7<sup>th</sup> International Symposium on Natural Polymers and Composites.
- OLIVEIRA, P. J. V., CORREIA, A. A. S., CAJADA, J. C.A. (2018) Effect of the type of soil on the cyclic behavior of chemically stabilised soils unreinforced and reinforced with polypropylene fibres. *Soil Dynamics and Earthquake Engineering*, 115, 336-343.
- OLIVEIRA JUNIOR, G.G., VALADÃO, G. E. S., REZENDE, F. E. O., PHILLIPS, W.A., GOMES, M. P. D. & JESUS, A.A. (2011) Desenvolvimento de uma Rota de Processo de Dessulfurização de Rejeitos de um Minério Aurífero Sulfetado. Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Poços de Caldas, MG.
- PALMEIRA, E. M. (2018) Introdução aos polímeros. Geossintéticos em geotecnia e meio ambiente. Oficina de Textos, SP. Cap. 2. p. 17-25.
- PARK L., TABELIN, C.B., JEON, S., LI, X., SENO, K., ITO, M. & HIROYOSHI, N. (2019) A review of recent strategies for acid mine drainage prevention and mine tailings recycling. *Chemosphere* 129: 588-606.
- PINTO, C. S. (2006) Curso Básico de Mecânica dos Solos. Oficina de Textos, São Paulo, SP, 367 p.
- RAZZAGHI, F., ARTHUR, E. & MOOSAVI, A.A. (2021) Evaluating models to estimate cation exchange capacity of calcareous soils. *Geoderma*, 400:115-221.
- RELOSI, N., NEUWALD, O.A., ZATTERA, A.J., PIAZZA, D., KUNST, S.R. & BIRRIEL, E.J. (2018) Effect of addition of clay minerals on the properties of epoxy/polyester powder coatings. *Polímeros*, 28(4): 355-367.
- RODRIGUES, J.B., PIMENTEL, M.M., DARDENNE, M.A. & ARMSTRONG, R.A. (2010) Age, provenance and tectonic setting of the Canastra and Ibiá Groups (Brasília Bel, Brazil): Implications for the age of a Neoproterozoic glacial event in central Brazil. *Journal of South American Earth Sciences*, 29:512-521.
- ROGERS, C.D.F. & GLENDINNING, S. (1996) Modification of Clay Soils Using Lime. Lime Stabilisation, Thomas Telford, London.
- SAID, J.M. & TAIB, S.N.L. (2009) Peat stabilization with carbide lime. *UNIMAS E-Journal of Civil Engineering*, Sarawak, Malaysia.
- SANTOS, T. G. (2018) Reaproveitamento de rejeitos de minério de ferro e ouro com base em uma caracterização tecnológica e geoambiental. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Geotecnia, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 110 p.
- SHONS, E. (2021) Fenômenos Interfaciais. Notas de Aula. Curso de Especialização em Tratamento de Minérios. Universidade Federal de Goiás, Catalão, GO.
- SILVA, T.W., SOUSA, A.A., JUNIOR, G.G., BAETA, B.H. (2015) Utilização de Sulfeto de Sódio para Aumento da Recuperação de Enxofre na Etapa de Flotação da Mina Morro do Ouro. XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Poços de Caldas, Brasil.
- SILVA, N. A. B. S. (2020) Desempenho de um Compósito Solo-Polímero para Aplicabilidade em Obras Geotécnicas e de Pavimentação. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Geotecnia, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 128 p.

- SILVEIRA, M. (2018) Análise do comportamento mecânico e da durabilidade em compósitos de areia reforçada com fibras naturais de curauá e sisal. Tese de doutorado. Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ.
- SOTOMAYOR, J. M. G. (2018) Avaliação do comportamento mecânico drenado e não drenado de rejeitos de minério de ferro e de ouro reforçados com fibras de polipropileno. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 184 p.
- SPINACÉ, M., LAMBERT, C., FERMOSELLI, K. & DE PAOLI, M. (2009) Characterization of lignocellulosic curaua fibres. *Carbohydrate Polymers*, 77:47-53.
- TAO, X., LI, A.M. & YANG, H. (2017) Immobilization of metals in contaminated soils using natural polymer-based stabilizers. *Environmental Pollution*, 222, 348-355.
- THENG, B.K.G. (1982) Clay-polymer interactions summary and perspectives. *Clays and Clay Minerals*, 30:1-10.
- VARGAS, M. (1977) Introdução à Mecânica dos Solos. MCgraw-Hill do Brasil, São Paulo, SP. 509 p.
- WINJEWICKREME, D., SANIS, M. V. & GREENAWAY, R. G. (2005) Cyclic shear response of fine-grained mine tailings. *Can. Geotechn. J.*, 42:1408-1421.
- WISE (2014) Chronology of Major Tailings Dam Failures. Wise Uranium Project.
- XU, D., FU, R., WANG, J., SHI, Y. & GUO, X. (2021) Chemical stabilization remediation for heavy metals in contaminated soils on the latest decade: available stabilizing materials and associated evaluation methods – A critical review. *Journal of Cleaner Production*, 321.
- XING, C., LIU X., & ANUPAM, K. (2018) Response of Sandy Soil Stabilized by Polymer Additives. *Journal of Environmental and Soil Science*, 1(3): 8p.
- YU, H., HUANG, X., NING, J., ZHU, B., CHENG, T. (2014) Effect of cation exchange capacity of soil on stabilized soil strength. *Soils and Foundations*, 54(6):1236-1240.
- ZINNI, A., FORLIM, R., ANDREAZZA, P. & SOUZA, A. (1988) Depósito de Ouro do Morro do Ouro, Paracatu, Minas Gerais. In: *Principais Depósitos Minerais do Brasil*, Brasília, DNPM, CVRD. 3: 479-489.
- ZORNBERG, J.G. (2002) Discrete framework for limit equilibrium analysis of fibre-reinforced soil. *Géotechnique*, 52(8):593-604.

## APÊNDICES

### A – Código sensor de umidade Arduino

```
#define pinSensorA A0
#define pinSensorB A1
// Sensor III
#define pinSensorC A2
#define gnd_pin 7
#define vcc_pin 6
void setup() {
  Serial.begin(9600);
  pinMode(pinSensorA, INPUT);
  pinMode(pinSensorB, INPUT);
  pinMode(pinSensorC, INPUT);
  pinMode(gnd_pin, OUTPUT);
  pinMode(vcc_pin, OUTPUT);
  digitalWrite(gnd_pin, LOW);
  digitalWrite(vcc_pin, HIGH);
}
void loop() {
  Serial.println(" SensorA:");
  Serial.println(analogRead(pinSensorA));
  Serial.println(" ");
  Serial.println(" SensorB:");
  Serial.println(analogRead(pinSensorB));
  Serial.println(" ");
  Serial.println(" SensorC:");
  Serial.println(analogRead(pinSensorC));
  Serial.println(" ");
  delay(500);
}
```

## B – Modelo de código do software RStudio para experimento fatorial 2k

```
Código R – Compósito RP
#Comp?sito Rejeito Pol?mero
library(FrF2)
#planejamento
plan <- FrF2(nruns=8,
            nfactors=3,
            replications=3,
            factor.names = list (tempodecura = c(7,28),
                                massa = c(1.7,1.8),
                                teorsolucao = c(0.6,0.9)),
            randomize = F)
summary(plan)
y<- c(413.12, 583.58, 476.78, 956.46, 331.7, 978.67, 564.37,1835.64,
      330.45, 559.27,477.78,976.42,298.05,1023.41,511.76,1904.18,
      394.18,453.76,453.76,946.46,310.48,1005.48,548.48,1896.48)
#adicionando resposta
plan <- add.response(plan,y)
#Analise
lm1 <- lm(plan) #modelo com interacoes de segunda ordem
summary(lm1)
anova1<- aov(lm1)
summary(anova1)
lm2 <-lm(y ~ tempodecura*massa*teorsolucao, data=plan)
summary(lm2)
anova2<- aov(lm2)
summary(anova2)
anova(lm1,lm2)
#Intervalo de confian?a para os coeficientes
confint(lm2)
#pressuposicoes
shapiro.test(lm2$residuals) #teste da normalidade
```

```

par(mfrow=c(2,2))
plot(lm2)
par(mfrow=c(1,1))
#homocedasticidade
library(olsrr)
ols_test_breusch_pagan(lm2, rhs=T, multiple=T)
#Graficos
MEPlot(lm2)
IAPlot(lm2)
cubePlot(lm2, eff1 = "tempodecura", eff2 = "teorsolucao", eff3 = "massa", main = "")
library(ggpubr)
p1<- ggline(data=plan, x="massa", y="y",
            add=c("mean_se", "jitter"),
            color="blue") + theme_bw()
plot(p1)
p2<- ggline(data=plan, x="tempodecura", y="y",
            add=c("mean_se", "jitter"),
            color="green2") + theme_bw()
plot(p2)
p3<- ggline(data=plan, x="teorsolucao", y="y",
            add=c("mean_se", "jitter"),
            color="green2") + theme_bw()
plot(p3)
p12 <-ggline(data=plan, x="massa", y="y",
            add=c("mean_se", "jitter"),
            color="tempodecura") + theme_bw()
plot(p12)
#Grafico de Pareto dos efeitos padronizados
t_critico <- qt(0.025, df.residual(lm2), lower.tail = F)
MSE <- deviance(lm2)/df.residual(lm2)
SE_coef <- sqrt(MSE/16)

```

```
t0 <- lm2$coefficients/SE_coef
t_0 <- data.frame(names(coef(lm2)),abs(t0))
colnames(t_0) <- c("termo", "t0")
#grafico de Pareto
pPar <- ggbarplot(data = t_0[-1,],
                  x="termo", y="t0",
                  col="green4",
                  fill="lightgreen",
                  rotate=T,
                  sort.val="asc") + theme_bw()+
  geom_hline(yintercept = t_critico, col="red")
pPar
```