



Rose Carvalho Rocha Elias

Análise microestrutural de amostras reconstituídas de rejeito de minério de ferro por meio de diferentes técnicas

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da PUC-Rio como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Civil.

Orientadora: Prof^a. Marina Bellaver Corte
Coorientador: Prof. Tácio Mauro Pereira de Campos
Coorientadora: Elaine Cristina Gomes Barreto

Rio de Janeiro,
abril de 2024



Rose Carvalho Rocha Elias

Análise microestrutural de amostras reconstituídas de rejeito de minério de ferro por meio de diferentes técnicas

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo.

Prof^ª. Marina Bellaver Corte
Orientadora
PUC-Rio

Elaine Cristina Gomes Barreto
Coorientadora
Consultoria independente

Prof^ª. Carmen Dias Castro
PUC-MG

Prof^ª. Amanda Dalla Rosa Johann
UTFPR

Rio de Janeiro, 18 de abril de 2024

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, da autora e do orientador.

Rose Carvalho Rocha Elias

Graduou-se em Engenharia Civil pela UFSJ (Universidade Federal de São João de Rei) em 2018. Especializou-se em Engenharia de Barragens pela PUC-Minas em 2020. Ingressou no Mestrado em Engenharia Civil com ênfase em Geotecnia na PUC-Rio em 2021.

Ficha Catalográfica

Elias, Rose Carvalho Rocha

Análise microestrutural de amostras reconstituídas de rejeito de minério de ferro por meio de diferentes técnicas / Rose Carvalho Rocha Elias; orientadora: Marina Bellaver Corte; coorientador: Tácio Mauro Pereira de Campos; coorientadora: Elaine Cristina Gomes Barreto – 2024.

152f.: il. color.; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, 2024.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Civil e Ambiental - Teses. 2. Rejeito de minério de ferro filtrado. 3. Análise microestrutural. 4. Reconstituição de amostras. I. Corte, Marina Bellaver. II. De Campos, Tácio Mauro Pereira. III. Elaine Cristina Gomes Barreto. IV. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental. V. Título.

CDD: 624

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus pela minha vida, minha saúde e pela proteção nessa caminhada.

Aos meus pais José de Assis e Rosa Marina pelo incentivo em seguir meus estudos e por todo o sacrifício feito em prol do meu crescimento e do meu irmão Leonardo.

À PUC-Rio, pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

Agradeço à minha orientadora Marina pelo grande apoio, palavras de incentivo e conhecimento transmitido.

Agradeço aos meus coorientadores Tácio e Elaine por todos os ensinamentos, constante orientação e apoio para realização deste trabalho.

Agradeço à Geomecânica S/A, em especial Ângela, Brunner e Eduardo pelo apoio técnico e disponibilização dos aparatos para a realização dos ensaios.

Agradeço ao Edson, Amauri, Josué e Carlos do laboratório LGMA pelo apoio ao longo da pesquisa.

Agradeço ao Rodrigo e Álvaro do departamento de Química da PUC-Rio pela disponibilização de insumos para a realização da pesquisa.

Agradeço à Maria Isabel do laboratório de fluorescência de Raio-X, Sonia Letichevsky e as meninas do laboratório de difração de raios X do departamento de química da PUC-Rio pelo apoio na realização dos ensaios de análise química e mineralógica.

Agradeço à Maria Isabel Ramos do departamento de Engenharia de Materiais da PUC-Rio pelo apoio na realização do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Agradeço ao Jhonatan Arismendi do Laboratório de Caracterização Tecnológica da USP por toda a paciência e conhecimento transmitido para a realização do ensaio de Microtomografia computadorizada de raios X 3D.

Agradeço à Pimenta de Ávila pelo incentivo acadêmico na realização deste curso.

Agradeço ao Lucas Vale da HidroBR pelo apoio na disponibilização do computador para processamento das imagens tomográficas.

Aos professores que participaram da Comissão examinadora.

Aos meus amigos e colegas, agradeço os momentos de ânimo e encorajamento para seguir em frente, em especial Natália Bottecchia pelo acolhimento e aos demais amigos do mestrado pela troca de conhecimento e bons momentos.

Agradeço a todos aqueles que contribuíram de alguma forma para a elaboração deste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

Resumo

Elias, Rose Carvalho Rocha; Corte, Marina Bellaver; De Campos, Tácio Mauro Pereira; Barreto, Elaine Cristina Gomes. **Análise microestrutural de amostras reconstituídas de rejeito de minério de ferro por meio de diferentes técnicas.** Rio de Janeiro, 2024. 152p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Frequentemente enfrenta-se grandes desafios na recuperação de amostras intactas de rejeitos com matrizes mais arenosas para a realização de ensaios laboratoriais. Essas dificuldades muitas vezes limitam a caracterização desses materiais ao uso de amostras reconstituídas, cuja capacidade de reproduzir o comportamento in-situ dos rejeitos está inerentemente ligada à capacidade do método de preparação da amostra de reproduzir a matriz do material. Vários estudos demonstraram que o comportamento de rejeitos arenosos sob pequenas e grandes deformações são afetados pelos métodos empregados para preparação das amostras e o presente estudo busca entender de que forma a microestrutura pode interferir em tais variações. Buscando aprofundar nesta temática, a pesquisa objetivou realizar ensaios de caracterização física, química, mineralógica e microestrutural de uma amostra de rejeito de minério de ferro filtrado, predominantemente arenoso, testando três técnicas de reconstituição de amostra: Compactação com soquete (Moist tamping, MT), Pluviação úmida (Water pluviation, WP) e Deposição de lama (Slurry deposition, SD), avaliando a alteração na resposta da microestrutura do material frente às diferentes técnicas de moldagem. Foram realizados ensaios de análise de microtomografia computadorizada de raios X do material preparado com distintos índices de vazios, sendo: 0,70, 0,75 e 0,80. Ao final de cada preparação, as amostras foram submetidas ao congelamento instantâneo com o uso de nitrogênio líquido. De posse dos resultados, observou-se variações significativas entre os métodos de preparação de amostras do estudo, no que tange à disposição das partículas no meio, espaços vazios (porosidade) e influência da saturação do corpo de prova. Os resultados obtidos dos ensaios de microtomografia computadorizada indicaram arranjo desorientado e macroporoso entre as técnicas

de reconstituição de amostras, observando-se similaridade microestrutural entre as técnicas MT e WP, tanto por constatação visual quanto por avaliação dos atributos microestruturais. A técnica de MT tende a formar grumos durante o processo de compactação com soquete, formando uma estrutura tida como favo de mel, podendo simular bem o empilhamento de rejeitos compactados. Já a técnica WP, devido ao seu processo de sedimentação natural, também tende a formar espaços vazios devido ao arranjo das partículas, sendo mais susceptível a sofrer segregação. Apesar disso, a técnica WP também pode ser aplicável para depósitos hidráulicos devido ao processo de sedimentação natural sem esforço de compactação. Já a técnica SD produz uma matriz de rejeito específica, influenciada pelo processo de homogeneização. Essa uniformidade das amostras observada na técnica SD pode representar bem depósitos hidráulicos, a depender das condições de lançamento de rejeito. Ademais, a pesquisa buscou avaliar a microestrutura de um rejeito de minério de ferro através da matriz gerada por cada técnica de reconstituição de amostras, identificando os aspectos que podem influenciar no arranjo e distribuição dos grãos no meio e macroporosidade. O congelamento instantâneo pode preservar as características das amostras, porém cada técnica possui suas limitações e individualidades as quais foram abordadas neste trabalho, e devem ser utilizadas com cautela para definição da técnica a ser adotada em função da condição do rejeito in-situ para fins de comparação.

Palavras-chave

Rejeito de minério de ferro filtrado; Análise microestrutural; Reconstituição de amostras.

Abstract

Elias, Rose Carvalho Rocha; Corte, Marina Bellaver (Advisor); De Campos, Tácio Mauro Pereira; Barreto, Elaine Cristina Gomes. **Microstructural analysis of iron ore tailings specimens reconstituted through different techniques**. Rio de Janeiro, 2024. 152p. Dissertação de mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Great challenges are often faced in recovering intact samples from tailings with sandier matrices for carrying out laboratory tests. These difficulties often limit the characterization of these materials to the use of reconstituted samples, whose ability to reproduce the in-situ behavior of the tailings is inherently linked to the ability of the sample preparation method to reproduce the material matrix. Several studies have demonstrated that the behavior of sandy tailings under lows and highs deformations are affected by the methods used to prepare the samples and the present study seeks to understand how the microstructure can interfere with such variations. Seeking to delve deeper into this topic, the research aimed to carry out physical, chemical, mineralogical and microstructural characterization tests of a sample of filtered iron ore waste, predominantly sandy, testing three sample reconstitution techniques: Moist tamping (MT), Water pluviation (WP) and Slurry deposition (SD), evaluating the change in the response of the material's microstructure to different molding techniques. X-ray computed microtomography analysis tests were carried out on the prepared material with different void indices, being: 0.70, 0.75 and 0.80. At the end of each preparation, the samples were subjected to instant freezing using liquid nitrogen. With the results in hand, significant variations were observed between the study sample preparation methods, regarding the arrangement of particles in the medium, empty spaces (porosity) and the influence of the saturation of the specimen. The results obtained from microcomputed tomography tests indicated a disoriented and macroporous arrangement between the sample reconstitution techniques, observing microstructural similarity between the MT and WP techniques, both by visual observation and by evaluation of microstructural attributes. The MT technique

tends to form lumps during the socket compaction process, forming a structure known as a honeycomb, which can well simulate the stacking of compacted waste. The WP technique, due to its natural sedimentation process, also tends to form voids due to the arrangement of the particles, being more susceptible to segregation. Despite this, the WP technique can also be applicable for hydraulic deposits due to the natural sedimentation process without compaction effort. The SD technique produces a specific waste matrix, influenced by the homogenization process. This uniformity of the samples observed in the SD technique may well represent hydraulic deposits, depending on the waste disposal conditions. Finally, the research sought to evaluate the microstructure of an iron ore tailings through the matrix generated by each sample reconstitution technique, identifying aspects that can influence the arrangement and distribution of grains in the environment and macroporosity. Instant freezing can preserve the characteristics of the samples; however each technique has its limitations and individualities, which were addressed in this work, and must be used with caution to define the technique to be adopted depending on the condition of the in-situ waste for the purpose of comparison.

Keywords

Filtered iron tailings; microstructured analysis; specimen preparation techniques.

Sumário

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Introdução | 18 |
| 1.1 | Contextualização e justificativa do estudo | 18 |
| 1.2 | Objetivos | 19 |
| 1.2.1 | Objetivo geral | 19 |
| 1.2.2 | Objetivos específicos | 19 |
| 1.3 | Organização do trabalho | 20 |
| 2 | Fundamentação Teórica | 21 |
| 2.1 | Caracterização de rejeitos de mineração | 21 |
| 2.2 | Reconstituição de amostras | 24 |
| 2.2.1 | Método de compactação com soquete - Moist tamping (MT) | 26 |
| 2.2.2 | Método de deposição de lama - Slurry Deposition (SD) | 27 |
| 2.2.3 | Método de pluviação úmida ou em água - Water Pluviation (WP) | 30 |
| 2.3 | Efeitos e representatividade dos diferentes métodos de preparação de corpos de prova | 32 |
| 2.4 | Influência da preparação de corpos de prova na microestrutura | 41 |
| 3 | Programa Experimental | 49 |
| 3.1 | Caracterização física | 50 |
| 3.1.1 | Descrição táctil-visual | 50 |
| 3.1.2 | Massa específica dos grãos e Gs | 51 |
| 3.1.3 | Análise granulométrica | 51 |
| 3.2 | Caracterização Mineralógica | 52 |
| 3.2.1 | Lupa Binocular | 52 |
| 3.2.2 | Difração de raios X (DRX) | 53 |
| 3.2.3 | Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com espectroscopia de energia dispersiva (EDS) | 55 |
| 3.3 | Caracterização química | 56 |
| 3.3.1 | Análise química total por Fluorescência de Raio-X (FRX) | 57 |
| 3.3.2 | Medida de pH do rejeito | 57 |
| 3.4 | Reconstituição de amostras | 58 |
| 3.4.1 | Determinação do índice de vazios | 58 |
| 3.4.2 | Corpos de prova preparados por MT | 58 |
| 3.4.3 | Corpos de prova preparados pelo método SD | 60 |
| 3.4.4 | Corpos de prova preparados pelo método WP | 63 |
| 3.5 | Caracterização Microestrutural | 65 |
| 3.5.1 | Preparação das amostras para análise microestrutural | 65 |
| 3.5.2 | Microtomografia computadorizada de raios X (MCT) | 71 |
| 4 | Resultados e Discussões | 77 |

| | | |
|-------|--|-----|
| 4.1 | Caracterização física | 77 |
| 4.1.1 | Massa específica dos grãos com Gs | 77 |
| 4.1.2 | Análise granulométrica | 78 |
| 4.2 | Caracterização Mineralógica | 81 |
| 4.2.1 | Lupa Binocular | 81 |
| 4.2.2 | Difração de raios X | 82 |
| 4.2.3 | MEV com EDS | 84 |
| 4.3 | Caracterização química | 88 |
| 4.3.1 | Análise química total | 88 |
| 4.3.2 | Medida de pH do rejeito | 90 |
| 4.4 | Reconstituição de amostras | 90 |
| 4.5 | Caracterização Microestrutural | 94 |
| 4.5.1 | Microtomografia computadorizada de raios X (MicroCT) | 94 |
| 5 | Conclusões e Sugestões | 109 |
| 5.1 | Conclusões | 109 |
| 5.2 | Sugestões para trabalhos futuros | 111 |
| 6 | Referências Bibliográficas | 113 |
| | Apêndice - Resultados específicos de ensaios | 119 |

Lista de figuras

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 - Método Moist tamping. Fonte: Adaptado de SZE e YANG (2014) <i>apud</i> Corrêa (2018). | 26 |
| Figura 2.2 - Deposição Slurry. Fonte: Adaptado de Carraro e Prezzi (2007). | 30 |
| Figura 2.3 - Pluviação Úmida. Fonte: Adaptado de Frost (2019). | 31 |
| Figura 2.4 - Densidade de amostras siltosas de Wellington Ave preparadas com (a) SD, (b) MT Modificado, respectivamente. Fonte: Adaptado de Bradshaw e Baxter (2007). | 33 |
| Figura 2.5 - Teor de finos da amostra reconstituída em relação ao teor de finos da mistura de preparação. Fonte: Adaptado de Carraro e Prezzi (2008). | 34 |
| Figura 2.6 - Comparação de densidades das camadas para amostras SD aparadas e não aparadas durante a preparação. Fonte: Adaptado de Reid e Fourie (2022). | 35 |
| Figura 2.7 - Correlação de índices de vazios em 300 depósitos de areia naturais. Fonte: Adaptado de Cubrinovski e Ishihara (2002). | 36 |
| Figura 2.8 - e_{max} e e_{min} de areias de Toyoura determinadas em 13 estudos independentes usando a técnica convencional de determinação de índice de vazios. Fonte: Adaptado de Yang <i>et al</i> (2014). | 37 |
| Figura 2.9 - Efeito do formato dos grãos na frequência de distribuição de índice de vazios. Fonte: Adaptado de Bhatia e Soliman (1990). | 38 |
| Figura 2.10 - Relação entre entropia de razão de vazios e média de taxas de vazios locais para pluviação ao ar, compactação com soquete e deposição de lama. Fonte: Adaptado de Frost (2019). | 39 |
| Figura 2.11 - Orientação das partículas compactadas com soquete de forma direta. Fonte: Adaptado de Oda (1972). | 41 |
| Figura 2.12 - Orientação das partículas compactadas com soquete de forma indireta. Fonte: Adaptado de Oda (1972). | 42 |
| Figura 2.13 - Comparações da matriz entre amostras intactas e reconstituídas através de microscópio eletrônico. Fonte: Lupini <i>et al</i> (1980). | 42 |
| Figura 2.14 - Imagens de microscópio óptico de rochas silicosas. Fonte: Gillott (1969). | 43 |
| Figura 2.15 - Imagens de tomografia computadorizada de amostra (a) congelada, (b) AP, (c) MT, (d) WP (e) SD. Fonte: Quinteros e Carraro (2023). | 44 |
| Figura 2.16 - Visualização 3D da matriz do solo simulado e sua seção da areia de Ottawa. Fonte: Masad e Muhunthan (2000). | 45 |
| Figura 2.17 - Estabilidade de contato entre grãos versus teor de silte nas amostras. Comparação entre pluviação a seco e sedimentação úmida. Fonte: Adaptado de Yamamuro <i>et al</i> (2008). | 45 |
| Figura 2.18 - Contato entre grãos que podem ocasionar em um comportamento estável durante o cisalhamento não drenado. Fonte: | |

| | |
|---|----|
| Adaptado de Yamamuro <i>et al</i> (2008). | 46 |
| Figura 2.19 - Contato entre grãos que podendo ocasionar em um comportamento instável durante o cisalhamento não drenado. Fonte: Adaptado de Yamamuro <i>et al</i> (2008). | 46 |
| Figura 2.20 - Resultados de MEV realizados em amostras de rejeitos: (a) Indeformada; (b) SD; (c) MT. Fonte: adaptado de (CHANG, 2011). | 47 |
| Figura 2.21 - Representação dos tecidos de amostras de rejeitos: (a) Indeformada; (b) SD; (c) MT. Fonte: adaptado de (CHANG, 2011). | 47 |
| Figura 3.1 - Características visuais do material objeto de estudo. | 51 |
| Figura 3.2 - Equipamento utilizado para realização do ensaio de granulometria a laser. | 52 |
| Figura 3.3 - Lupa Binocular - laboratório LGMA Puc-Rio. | 53 |
| Figura 3.4 - Corte longitudinal de um tubo de raios X tradicional. Fonte: Silva (2013). | 53 |
| Figura 3.5 - Difração de raios X. Fonte: Adaptado de Mendes (2023). | 54 |
| Figura 3.6 - Equipamentos utilizados no ensaio. | 55 |
| Figura 3.7 - Amostras ensaiadas - método do pó. | 56 |
| Figura 3.8 - Amostras em repouso para leitura com pHmetro. | 57 |
| Figura 3.9 - Materiais utilizados para reconstituição de amostras pelo método de Moist tamping (MT). | 59 |
| Figura 3.10 - Processo de reconstituição de amostras – Método MT. | 60 |
| Figura 3.11 - Materiais e componentes utilizados para o ensaio - Método SD. | 61 |
| Figura 3.12 - Processo de reconstituição de amostras – Método SD. | 62 |
| Figura 3.13 - Materiais e componentes utilizados para o ensaio - Método Pluviação Úmida. | 64 |
| Figura 3.14 - Processo de reconstituição de amostras – Método Pluviação Úmida. | 65 |
| Figura 3.15 - Condição final do corpo de prova para extração de amostras para análise microestrutural – Método de WP. | 65 |
| Figura 3.16 - Geometria do invólucro das amostras para análise microestrutural. | 66 |
| Figura 3.17 - Preparação de amostras pelo método A – MT. | 67 |
| Figura 3.18 - Preparação de amostras pelo método A – SD e WP. | 67 |
| Figura 3.19 - Aparelho utilizado para extração de amostras – Método B. | 68 |
| Figura 3.20 - Miniamostras retiradas da região central do corpo de prova - Método B. | 68 |
| Figura 3.21 - Amostra desbastada para análise microestrutural. | 69 |
| Figura 3.22 - Técnica de congelamento da amostra com nitrogênio líquido. | 70 |
| Figura 3.23 - Isopor com gelo seco para transporte das amostras. | 71 |
| Figura 3.24 - Microtomógrafo de Raio-X do LCT da USP. | 72 |
| Figura 3.25 - Preparação da amostra para execução do ensaio de microtomografia computadorizada. | 73 |
| Figura 3.26 - Informações gerais para cálculo da resolução. | 74 |
| Figura 3.27 - Tratamento da imagem no software Fiji/ImageJ. | 76 |
| Figura 3.28 - Trainable Weka Segmentation. Aspecto visual da ferramenta do software Fiji/ImageJ. | 76 |
| Figura 4.1 - Teor de ferro versus massa específica dos grãos - dados da | |

| | |
|---|-----|
| Pilha de Monjolo. Fonte: Molonas (2006). | 78 |
| Figura 4.2 - Granulometria do rejeito. | 80 |
| Figura 4.3 - Observação da amostra 01 na lupa. Escala indicada de 1 mm. | 81 |
| Figura 4.4 - Observação da amostra 02 na lupa. Escala indicada de 1 mm. | 82 |
| Figura 4.5 - Difratoograma de Raio-X – passante #40. | 83 |
| Figura 4.6 - Difratoograma de Raio-X – passante #200. | 83 |
| Figura 4.7 - Microtomografia MEV - AM01 (ampliação de 200 μm , magnificação de 1000x). | 84 |
| Figura 4.8 - Microtomografia MEV - AM02 (ampliação de 200 μm , magnificação de 1000x). | 85 |
| Figura 4.9 - Microtomografia MEV - AM03 (ampliação de 200 μm , magnificação de 1000x). | 85 |
| Figura 4.10 - Microtomografia MEV - AM01 – ampliação de 50 μm . | 86 |
| Figura 4.11 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM01. | 87 |
| Figura 4.12 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM02. | 87 |
| Figura 4.13 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM03. | 88 |
| Figura 4.14 - Índice de vazios alvo x Índice de vazios obtido. | 93 |
| Figura 4.15 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7623-23 – Método de reconstituição MT, $e=0,7$. | 97 |
| Figura 4.16 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7624-23– Método de reconstituição MT, $e=0,75$. | 98 |
| Figura 4.17 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7625-23– Método de reconstituição MT, $e=0,8$. | 99 |
| Figura 4.18 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7626-23– Método de reconstituição SD, $e=0,7$. | 100 |
| Figura 4.19 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7627-23– Método de reconstituição SD, $e=0,75$. | 101 |
| Figura 4.20 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7628-23– Método de reconstituição SD, $e=0,8$. | 102 |
| Figura 4.21 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7629-23– Método de reconstituição WP, $e=0,7$. | 103 |
| Figura 4.22 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7630-23– Método de reconstituição WP, $e=0,75$. | 104 |
| Figura 4.23 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7631-23– Método de reconstituição WP, $e=0,8$. | 105 |
| Figura 4.24 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras $e=0,7$. | 106 |
| Figura 4.25 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras $e=0,75$. | 106 |
| Figura 4.26 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras $e=0,8$. | 106 |
| Figura 4.27 - Poros segmentados (em vermelho) - Comparação entre amostras $e=0,7$ – Imagem nº100. | 108 |

Lista de tabelas

| | |
|--|-----|
| Tabela 2.1 - Resumo das características gerais do rejeito de minério de ferro. | 24 |
| Tabela 2.2 - Comparação entre técnicas de reconstituição de amostras. Fonte: Adaptado de Khalili (2008). | 40 |
| Tabela 2.3 - Resumo da influência da microestrutura na preparação de corpos de prova, conforme literatura. | 48 |
| Tabela 3.1 - Programa experimental. | 49 |
| Tabela 3.2 - Identificação das amostras. | 74 |
| Tabela 3.3 - Condições iniciais para aquisição de imagens no microtomógrafo. | 75 |
| Tabela 4.1 - Densidade relativa dos grãos - Amostra de rejeito. | 77 |
| Tabela 4.2 - Densidade relativa dos grãos de alguns minerais. (Fonte: Adaptado de Brant (2005)). | 78 |
| Tabela 4.3 - Tabela resumo da distribuição granulométrica - granulometria por peneiramento e sedimentação. | 79 |
| Tabela 4.4 - Resultado das análises químicas totais (FRX) do rejeito passante na peneira #200. | 89 |
| Tabela 4.5 - Medição do pH do rejeito após 60 minutos. | 90 |
| Tabela 4.6 - Faixa de índice de vazios obtida para o rejeito em estudo. | 90 |
| Tabela 4.7 - Tabela resumo de densidades e teor de umidade dos corpos de prova para análise microestrutural. | 92 |
| Tabela 4.8 - Porcentagens volumétricas da classificação da tomografia das amostras. | 108 |

Lista de Símbolos e Abreviaturas

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas
AP – Pluviação a seco (Air pluviation)
CR – Compacidade relativa
CSL – Linha do estado crítico (Critical State Line)
DEQM – Departamento de Engenharia Química e de Materiais da Puc-Rio
DFD – Deposição com funil a seco
DRX – Difração de raios X
e – índice de vazios
EBSD – Difração de elétrons retro-espalhados
EDS – Espectrômetro Dispersivo em Energia
FRX – Fluorescência de Raio-X
Gs – Densidade relativa dos grãos
ICDD – International Center for Diffraction Data
LCT – Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
LL – Limite de liquidez
LP – Limite de plasticidade
LGMA – Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio
MCT – Microtomografia computadorizada
MEV – Microscopia eletrônica de varredura
MT – Compactação com soquete (Moist tamping)
NBR – Norma Técnica Brasileira
ps – Massa específica dos grãos
Puc-Rio – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro
S – Grau de saturação
SD – Deposição em pasta (Slurry Deposition)
SUCS – Sistema Unificado de Classificação dos Solos
USP – Universidade de São Paulo
w – Teor de umidade
WP – Pluviação Úmida (Water Pluviation)
WD – Deposição Úmida – Water Deposition
WS – Sedimentação Úmida

A persistência é o menor caminho do êxito.
Charles Chaplin

1 Introdução

1.1 Contextualização e justificativa do estudo

Nas últimas décadas, estudos relacionados ao comportamento de rejeitos de mineração vêm sendo aprimorados, motivados principalmente pela necessidade de avanço em tecnologias para disposição e gerenciamento dos mesmos. Dentre os fatores que impulsionam esse desenvolvimento, a primeira pode estar relacionada à necessidade de mercado em se extrair minérios de baixo teor e em maiores profundidades, resultando em uma maior geração de rejeitos e estéreis e em uma maior necessidade de uso de água, se tornando estas as maiores restrições ao desenvolvimento da mina em diversos locais (WATSON, 2010). Outro ponto motivador também está relacionado à pressão da sociedade e dos órgãos reguladores por melhorias no processo de disposição de rejeitos, devido aos rompimentos de barragens ocorridos nas últimas décadas, que culminaram em consequências catastróficas para pessoas, meio ambiente e financeiros.

A investigação de métodos para a disposição de rejeitos desaguados vem surgindo em função da crescente preocupação com a estabilidade em barragens, que está intimamente ligada ao confinamento de água residual (FIGUEIREDO, 2007). Devido à necessidade de se aumentar a capacidade de armazenamento de uma barragem de rejeito existente, realiza-se a construção de alteamentos seguindo métodos construtivos a montante, jusante ou linha de centro. A técnica de alteamento a montante tem sido tema de grandes debates após recentes casos de rupturas de barragens construídas por esse método, uma vez que novos alteamentos são executados sobre a praia de rejeitos formada pela disposição, que serve de fundação para a construção dos novos diques.

Nesse contexto, a busca por novas soluções para disposição de rejeitos não apenas visa melhorar a estabilidade estrutural, mas também almeja promover um maior aproveitamento da água residual e ampliar a disponibilidade de área para a disposição, conforme destacado por Figueiredo (2007).

O empilhamento a seco de rejeitos filtrados vem se mostrando uma boa opção para lidar com questões de segurança que envolvem a disposição tradicional de rejeitos em barragens. Vários estudos tem sido feitos para entender melhor o comportamento desse material em diferentes estados de tensões, e o conhecimento de suas características podem contribuir para o estado da arte da mecânica de rejeitos arenosos.

Amostras indeformadas são representativas do solo/rejeito disposto em pilhas ou barragens quanto à matriz e constituição mineralógica, além da conservação da sua estrutura e condições de umidade *in-situ*, porém enfrenta-se grandes dificuldades em sua preservação para materiais não coesivos. O processo de extração, preparação e transporte pode gerar perturbações que influenciam diretamente nos resultados, tornando-as não representativas das condições de campo.

Com o avanço de pesquisas relacionadas ao tema, ensaios de laboratório

para estudo do comportamento de materiais fabricados pelo homem vem sendo cada vez mais utilizados e um ponto que é amplamente discutido é o processo de amostragem, que interfere diretamente na interpretação dos resultados.

Métodos de reconstituição de amostras em solos não coesivos tem sido estudado no mundo todo em razão da necessidade de se reproduzir amostras representativas das condições *in loco*, com uniformidade e reprodução de qualidade. Portanto, observa-se que o debate sobre qual a metodologia de reconstituição melhor representa a matriz do material depositado e/ou compactado, bem como a influência no comportamento geomecânico, não se encontra fechado.

Frost (2019) realizou um estudo avaliando o comportamento de uma areia frente ao cisalhamento comparando técnicas de reconstituição de amostras e identificou que a resposta global é fortemente dependente da microestrutura induzida pelo cisalhamento, que por sua vez foi diretamente influenciada pela microestrutura inerente dependente do método de preparação da amostra.

Freire (2022) em seu estudo com reconstituição de amostras de rejeito de minério de ferro do Quadrilátero Ferrífero, também sugere realizar ensaios de mineralogia e de caracterização morfológica das partículas a fim de verificar a possível influência da microestrutura no comportamento dos materiais em ensaios.

De maneira geral, as metodologias de reconstituição de amostras em laboratório devem buscar reproduzir a estruturação, condições de saturação e densificação para o qual deseja-se representatividade em campo.

Buscando contribuir com o desenvolvimento de pesquisa utilizando rejeitos de mineração, este trabalho possui como objetivo reconstituir amostras de rejeito de minério de ferro filtrado através de três técnicas comumente utilizadas na literatura e em meio prático, contribuindo para o estado da arte na análise microestrutural destes materiais e levando a resultados mais seguros.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

Essa pesquisa busca um melhor entendimento da representação da matriz de amostras de geomateriais não plásticos por meio de reconstituição de corpos de prova em laboratório. Entende-se que os resultados obtidos poderão contribuir em projetos e pesquisas na geotecnia de mineração.

1.2.2 Objetivos específicos

Para atingir o objetivo geral da pesquisa, os seguintes objetivos específicos são necessários:

- Caracterizar o rejeito filtrado de minério de ferro nos aspectos físico, químico e mineralógico e realizar a reconstituição das amostras por meio das técnicas de compactação com soquete, deposição de lama e pluviação úmida, conforme orientação da literatura;
- Identificar as nuances, limitações e dificuldades de cada técnica de

- reconstituição utilizando rejeito de minério de ferro;
- Realizar análise microestrutural das amostras reconstituídas buscando avaliar a matriz das amostras identificando tipos, formas e tamanhos dos grãos e o seu arranjo estrutural conforme as técnicas de reconstituição descritas.

1.3

Organização do trabalho

Este trabalho se dividiu em 5 capítulos, onde o primeiro capítulo apresenta uma breve introdução sobre o tema, o segundo capítulo traz uma revisão bibliográfica acerca da caracterização do material em estudo e dos métodos de preparação de amostras mais conhecidos e empregados e como estes influenciam no comportamento do solo em nível microestrutural.

O capítulo 3 descreve de forma detalhada o programa experimental, apresentando a caracterização especial do material em estudo, em aspecto físico, químico, mineralógico e estrutural e também os métodos de reconstituição de amostras foco do estudo, sendo eles compactação com soquete, deposição de lama e pluviação úmida.

O capítulo 4 apresenta e discute os resultados obtidos das análises físico-químicas, mineralógicas e estruturais do rejeito e uma comparação entre os resultados obtidos por cada um dos métodos supracitados através dos resultados do ensaio de Microtomografia computadorizada.

Por fim, as conclusões obtidas e as sugestões para trabalhos futuros são apresentadas no último capítulo.

2 Fundamentação Teórica

2.1 Caracterização de rejeitos de mineração

O minério de ferro desempenha um papel de extrema importância tanto na economia brasileira quanto na global, sendo amplamente empregado para atender às necessidades da indústria siderúrgica na produção de aço.

O tratamento do minério inicia-se pelo processo de beneficiamento, que se dá a partir da fragmentação do mineral por meio de processos físicos de britagem e moagem. Durante essas etapas utiliza-se grande volume de água para resfriamento do calor gerado pela quebra dos blocos, produzindo a lama, que passa por processos físicos e químicos visando a separação do produto final com características econômicas do produto pobre, sem fins econômicos, chamado de rejeito (MILONAS, 2006).

A caracterização de minérios é uma etapa essencial para o aproveitamento de um recurso mineral de forma otimizada, pois ela fornece as características mineralógicas e texturais necessárias para sua utilização (BEZERRA, 2017).

Segundo Andrade (2018), dentre uma variedade de minerais que possuem o ferro em sua composição, poucos são considerados mineral-minério, ou seja, minerais que podem ser explorados economicamente. De acordo com IBRAM (2012) *apud* Bezerra (2017), os minérios de ferro, predominantemente explorados no Brasil, são a hematita (Fe_2O_3), uns dos principais minerais de ferro, e o itabirito, cujas formações ferríferas são compostas de hematita e quartzo (sílica). O termo minério de ferro possui uma ampla gama de significados, sendo utilizado inicialmente na petrografia e também como sinônimo para formações ferríferas em geral ((MORRIS, 1985) *apud* (ANDRADE, 2018)).

O entendimento da formação geológica e do processo de beneficiamento do mineral é de extrema importância para entender sua microestrutura, formada por meio do modo de disposição do rejeito no ambiente. Luz *et al* (2010), relatam que, em função do tipo do método de beneficiamento adotado e do tipo de minério, o rejeito adquire características distintas. Este rejeito, que inclui partículas grossas e finas, pode ser disposto em diques ou barragens ou em sistemas de disposição a seco, como pilhas e *geobags*.

Segundo Lopes (2022), até pouco tempo atrás, a caracterização tecnológica de rejeitos era pouco explorada, sendo estes descartados sem maiores conhecimentos de suas características físicas, químicas e mineralógicas. Nos últimos anos, o cenário vem mudando, não só pela maior preocupação com questões ambientais, como também devido à escassez do minério e à depleção de reservas, com a consequente diminuição dos teores de minério e o aumento do volume de rejeitos a ser descartado.

O rejeito de mineração pode assumir características mineralógicas, físico-químicas e geotécnicas variáveis, que são dependentes da origem das jazidas e do processo de beneficiamento. Esses materiais geralmente apresentam formato de polpa, com uma fração sólida e uma fração aquosa. Novas tecnologias vêm sendo desenvolvidas de forma a reduzir o grau de saturação do rejeito, desde o

processo de filtragem por meio de filtro tambor, muito utilizado até a década de 1990, até, mais recentemente o uso de filtros prensa, no qual o material apresenta formato de pasta e pode ser transportado por caminhões para disposição a seco.

Na indústria da mineração utiliza-se a seguinte classificação para os rejeitos: rejeitos grossos ou granulares, maiores do que 50 μm ; rejeitos finos, com diâmetro abaixo de 50 μm e lamas, ou rejeitos ultrafinos, constituídos por partículas menores do que 10 μm (WOLFF, 2009). Do ponto de vista geotécnico, os rejeitos de minério de ferro são em sua maioria considerados granulares, inertes, apresentando baixa deformabilidade e boas condições de drenagem e resistência (MILONAS, 2006).

Conforme a natureza do minério e o modo como o beneficiamento é realizado, o rejeito pode assumir o aspecto de material arenoso não plástico, granular, ou de material de granulometria fina e alta plasticidade, as lamas (PINTO, 2013). Segundo Araújo (2006), o tamanho das partículas de rejeito se encontra tipicamente na faixa de partículas de areias finas e siltes, dependente do jazimento e do processo de beneficiamento.

De acordo com Santos (2018), a variabilidade das propriedades dos rejeitos está relacionada à heterogeneidade geológica natural dos bens minerais e aos vários processos que os minérios podem ser submetidos, que vão desde um simples peneiramento até processos de alteração da físico-química da superfície das partículas.

Rochas compostas por minerais ricos em sílica como o quartzo, produzem solos de matriz arenosa, enquanto aquelas com significativa porcentagem de minerais ferro-magnesianos (biotita, olivina, piroxênios) e feldspatos, oferecem condições para o desenvolvimento de solos argilosos (DELCOURT, 2018). Dana (1976) descreve os dados gerais dos principais óxidos e oxi-hidróxidos de ferro do ponto de vista do beneficiamento de minério de ferro no Quadrilátero Ferrífero, e destacam os seguintes minerais: hematita (Fe_2O_3), magnetita (Fe_3O_4) e goethita (FeO.OH).

Nos estudos de Telles (2017) utilizando rejeito de minério de ferro da barragem de Fundão, foram realizadas análises granulométricas por peneiramento e sedimentação, além da determinação do peso específico dos sólidos e determinação dos índices de vazios mínimo e máximo. Como resultado, o rejeito em estudo constituiu em sua composição de 69% de areia e 31% de silte, sendo classificado como uma areia siltosa. A densidade real dos sólidos (Gs) do rejeito foi determinada igual a 2,795. Por fim, o índice de vazios mínimo e máximo encontrado foi, respectivamente, 0,59 e 0,97.

A pesquisa de Lopes (2022) classificou um rejeito ultrafino de minério de ferro proveniente da Barragem Maravilhas II, localizada em Itabirito, Minas Gerais. As partículas de ferro, por si só, apresentam massa específica dos grãos em torno de 5,25 g/cm^3 , enquanto os grãos de quartzo são caracterizados por possuírem uma massa específica em torno de 2,65 g/cm^3 . A massa específica dos grãos do rejeito de minério de ferro encontrada foi de 3,23 g/cm^3 . Quanto à granulometria, o rejeito é composto em sua maior parte por uma fração que corresponde à areia (92,7%), seguida por uma fração pequena correspondente ao silte (5,8%), e uma fração menor correspondente à argila (1,5%).

Na pesquisa de Lopes (2022) também foram realizados ensaios de difração de raios X (DRX), nos quais encontrou-se minerais de quartzo e hematita, e picos insipientes de caulinita. O autor ainda cita que os resultados são similares a outros realizados em diferentes rejeitos de minério de ferro como o de Santos (2018) e Carneiro (2020). Quanto aos resultados de MEV, foi possível observar partículas de rejeito bastante angulares e com tamanhos de partículas bem variados, que corroboram com o resultado da análise granulométrica.

Wolff (2009) coletou nove amostras de rejeitos de minério de ferro de sete minas diferentes com o objetivo de caracterizá-las para possível

reaproveitamento. Foram realizados ensaios para caracterização física, química e mineralógica, e os resultados apresentaram coerência com resultados encontrados em estudos relacionados, indicando predominância de minerais de ferro e quartzo nas amostras. A DRX do estudo de Wolff (2009) também indicou, além da presença dos óxidos de ferro (hematita, goethita e magnetita), a presença de caulinita, quartzo, gibbsita, talco e muscovita.

Em um estudo realizado por Silva (2006) incluindo a caracterização física, química e mineralógica de um rejeito de mineração advindo de uma mina localizada na região do Quadrilátero Ferrífero no município de Mariana, Minas Gerais, a análise granulométrica encontrou uma quantidade de areia superior a 50% do valor total da amostragem. Também foi realizado o ensaio DRX que indicou uma pequena presença de caulinita nas frações silte e areia e sua ausência na fração argila. Além de verificar a presença de hematita e quartzo em todas as frações. Paiva (2015) também encontrou presença das fases quartzo, hematita e caulinita nas duas amostras de rejeitos de mineração de ferro através de resultados de DRX.

Gomes (2011) realizou análises químicas por espectrometria de plasma e análise mineralógica por DRX na caracterização dos finos estocados na Barragem I e encontrou teores médios 48,08% de Fe_2O_3 , 20,58% de SiO_2 , 3,16% de Al_2O_3 . Os minerais portadores de ferro identificados foram hematita, martita, magnetita e goethita e os minerais de ganga foram quartzo, gibbsita e caulinita.

No estudo de Bruschi *et al* (2023) com rejeito de minério de ferro filtrado, obteve-se uma composição de 57% de sílica, 36% de ferro, 5% de alumínio e outros minerais constituintes através do ensaio de FRX. O ensaio de DRX indicou presença de quartzo (85%), caulinita (13%) e hematita (3%).

Pereira (2005) *apud* Milonas (2006) realizou análises de imagens fornecidas por MEV de seis diferentes sistemas de contenção de rejeitos do Quadrilátero Ferrífero de Minas Gerais, confirmando a variabilidade textural das amostras. No estudo, observou-se que os grãos de quartzo possuem tamanhos consideravelmente maiores que os grãos de hematita evidenciando a natureza mal graduada do rejeito das barragens de Córrego Doutor. No caso da cava Germano, o material apresentou melhor graduação, inclusive com grãos de quartzo de dimensões variáveis.

Com base nos estudos de caracterização existentes na literatura, é possível observar certa coerência quanto a classificação e análise de rejeitos de minério de ferro considerando diferentes autores. Eles possuem uma classificação predominantemente arenosa, ou areno-siltosa, com composição química contendo sílica, ferro (e seus derivados) e algumas composições de caulinita, que são diretamente dependentes da jazida de origem e do processo de beneficiamento. Os grãos também tendem a ser de formatos mais angulares e de tamanhos variáveis devido ao próprio processo de beneficiamento.

De forma geral, os rejeitos possuem características inerentes herdadas das ocorrências minerais e processos de beneficiamento dos quais eles derivam e também dos métodos de disposição, embasando a necessidade de se aprofundar no estudo de seu comportamento (CORRÊA, 2018).

A Tabela 2.1 a seguir apresenta um breve resumo das características gerais típicas de rejeito de minério de ferro, considerando os estudos citados acima.

Tabela 2.1 - Resumo das características gerais do rejeito de minério de ferro.

| Caracterização física | Caracterização química | Caracterização mineralógica |
|---|--|---|
| -Rejeito arenoso ou areno-siltoso; -Não líquido e não plástico; - Índice de vazios mínimo e máximo variando de 0,59 e 0,97; - Massa específica dos grãos variável, com valores médios de 3,0 g/cm ³ . | -Análises químicas indicam predominância de ferro, sílica e alumínio; -DRX indicam frações de quartzo, caulinita e hematita em geral. | -Formato dos grãos mais angulares e com tamanhos variáveis; -Partículas opacas provenientes da sílica com pequenas frações cristalinas e densas de ferro e alumínio. |

2.2 Reconstituição de amostras

No presente trabalho serão descritos os principais métodos de reconstituição, quais sejam, compactação com soquete (Moist tamping – MT), pluviação úmida (Water pluviation – WP) e deposição de lama (Slurry deposition – SD). É importante destacar que, a priori, a escolha da metodologia de reconstituição de corpos de prova deve levar em consideração as condições de disposição e compactação, o processo de formação do material, bem como a tipologia de material para o qual se deseja obter amostras.

Ensaio laboratoriais controlados são de extrema importância para a obtenção de conhecimento das propriedades do elemento de solo/rejeito e seu comportamento. Técnicas satisfatórias para a obtenção de amostras indeformadas de argila para testes de laboratório têm sido desenvolvidas ao longo dos anos, porém a obtenção de amostras indeformadas de solos não coesivos, e facilmente desagregáveis, ainda é uma tarefa desafiadora. Como resultado, os testes de laboratório desses solos são feitos quase exclusivamente em amostras reconstituídas (CARRARO e PREZZI, 2008).

Técnicas de reconstituição de amostras para solos não coesivos tem sido amplamente empregadas na condução de ensaios laboratoriais, uma vez que a obtenção *in-situ* dessas amostras apresenta desafios significativos. Essa abordagem se torna necessária devido à complexidade envolvida na replicação de amostras de solo e/ou rejeito, visando assegurar a homogeneidade e representatividade das condições do material. Para alcançar tal propósito, a aplicação da técnica demanda a observância de requisitos específicos que garantam a fidelidade na reprodução das características essenciais das amostras.

Segundo Corrêa (2018), as técnicas mais populares de reconstituição utilizadas para areias contendo finos são: compactação com soquete (MT), pluviação no ar e em água (AP/WP), e suas variantes, tais como técnicas de deposição de polpa (SD). Todas essas técnicas são aplicáveis para areias contendo finos e materiais fabricados pelo homem com granulometria similar (CARRARO e PREZZI, 2007).

Todos esses métodos atuais foram desenvolvidos com o objetivo de simular a estrutura de partículas em um elemento de solo e as condições de saturação encontradas em massas de solo naturalmente depositadas ou construídas pelo homem (KHALILI, 2008). Essas técnicas geram um arranjo de partículas próprio, que tende a ser muito diferente do solo *in-situ* (CORRÊA, 2018).

As primeiras publicações disponibilizadas na literatura a respeito do tema

são sobre a execução de ensaios triaxiais com corpos de prova de solos sem coesão preparados pelo método de Pluviação Úmida (WP) e Pluviação a seco (AP). Esse trabalho foi publicado por Bishop e Henkel (1962).

Os pioneiros a estudarem o efeito da preparação de amostras arenosas no comportamento tensão-deformação foram os pesquisadores Ladd e Mullis (1977). Ao analisarem essa questão, eles identificaram que o método de preparação das amostras exerce influência significativa na resistência cíclica das areias, tendo, por conseguinte, implicações diretas nas características de liquefação desses materiais. Essa constatação foi posteriormente corroborada por Nemat-Nasser e Takahashi (1984), que, em seus estudos, também investigaram o efeito da anisotropia inerente à técnica de compactação.

Atualmente, a técnica de preparo de amostra por compactação com soquete, Moist tamping (MT), apresentada no livro de Ladd (1978) é a mais difundida e convencionalmente utilizada no meio acadêmico e comercial para reproduzir amostras de solo ou rejeito não coesivo. Porém, existem algumas restrições quanto ao uso do método, que pode não reproduzir bem a estrutura de materiais depositados hidráulmente.

Della *et al* (2010) realizaram um estudo para entender o comportamento de cisalhamento não drenado da areia fofa coletada em local próximo ao epicentro do Terremoto de Chlef (Argélia), que ocorreu em 1980. Os corpos de prova foram preparados pelos métodos de pluviação a seco (AP) e deposição de lama (SD), com densidade relativa de 29% (estado fofo). No estudo, observou-se que a técnica de preparação das amostras possui um efeito sobre o comportamento não drenado, sendo que o método de pluviação a seco pareceu indicar uma resposta dilatante ou estável, enquanto a deposição de lama pareceu exibir um comportamento mais contrátil.

De forma geral, o comportamento de amostras de rejeito submetidas a ensaios de resistência entre pequenas e médias deformações pode ser altamente afetado pelos métodos de reconstituição das amostras. Acredita-se que isso se deva ao impacto da matriz na resposta do material ao carregamento.

As técnicas de reconstituição de amostras devem se atentar quanto à uniformidade da densidade do solo (índice de vazios), grau de saturação e estrutura do solo. Este último, é diretamente ligado à técnica de reconstituição de amostras, uma vez que cada método produz seu próprio arranjo de partículas e consequente comportamento mecânico, podendo resultar em grande variabilidade dos resultados obtidos.

Ademais, outro ponto que merece atenção é a proporção de finos em materiais arenosos, que podem promover segregação de partículas e impactam diretamente na estrutura do solo e em seu comportamento tensão-deformação. Carraro e Prezzi (2007) observaram que no caso das areias que contêm finos, o efeito é ainda mais pronunciado quando se avalia questões adicionais como segregação de partículas, homogeneidade de amostra e adequação da estrutura das partículas dos corpos de prova reconstituídos.

A escolha do método de reconstituição depende da experiência com o material, familiaridade com a metodologia de amostragem e desenvolvimento do método na localidade. Independentemente da metodologia, a reconstituição em laboratório deve ser facilmente replicável, garantindo a homogeneidade das amostras para obter corpos de prova idênticos quando necessário (FREIRE, 2022).

Os métodos de reconstituição comumente empregam controle de densidade e uniformidade nos corpos de prova. No entanto, a reprodutibilidade do arranjo estrutural/geométrico *in-situ* é um desafio significativo ao moldar amostras em laboratório. Em resumo, cada metodologia de reconstituição pode gerar uma estrutura de grãos específica, conhecida como matriz, que pode diferir do arranjo *in-situ* e influenciar o comportamento mecânico.

A seguir serão apresentados mais detalhes acerca das técnicas de reconstituição de amostras adotadas neste trabalho.

2.2.1

Método de compactação com soquete - Moist tamping (MT)

O método de compactação úmida ou compactação com soquete foi formalizado por Ladd (1978), motivado pela necessidade de estudos sobre o comportamento de liquefação das areias, uma vez que o mesmo fosse capaz de ser preparado suficientemente fofo, conforme também apresentado no trabalho de Castro (1969), para exibir liquefação estática e permitir a medição bem sucedida da *Critical State Line* – Linha do estado crítico (CSL) (BEEN, JEFFERIES e HACHEY, 1992).

Segundo os estudos de Reid *et al* (2022), isso então levou a muito debate quanto aos méritos da técnica, com aplicação em areias realizadas pioneiramente por Vaid e Pillai (1992) e posteriormente Vaid e Sivathayalan (2000), juntamente com a promoção de métodos alternativos, como a pluviação em água ou pluviação úmida (WP) e deposição de lama (SD) nos trabalhos de Kuerbis e Vaid (1998) e Vaid, Sivathayalan e Stedman (1999).

Atualmente, os testes triaxiais laboratoriais de rotina de areia siltosa e rejeitos arenosos é dominada pela técnica MT. As razões em grande parte vêm sendo justificadas pelo precedente histórico com as recomendações de trabalhos seminais anteriores (por exemplo, Jefferies e Been, 2015), pela facilidade com que amostras soltas podem ser preparadas, auxiliando na identificação do CSL e pelo comportamento frágil de depósitos de rejeitos fofos.

A técnica consiste basicamente na compactação de amostras aplicando uma carga estática em camadas sucessivas, utilizando um instrumento portátil. As massas predeterminadas de areia seca e água para cada camada são primeiro colocadas em recipientes cobertos antes de ser misturado, minimizando a evaporação da água durante a compactação. Após, a areia é transferida para o molde, com uma distribuição tão uniforme quanto possível ao longo da altura.

Nesta técnica, o solo com umidade controlada é disposto em camadas em um molde, no qual cada camada é compactada com um soquete, conforme apresentado na Figura 2.1. A compactação é realizada de forma controlada, de maneira a se manter a massa específica seca, com energia e espessura da camada pré-definida. Entre as camadas, realiza-se pequenas ranhuras para maior aderência e homogeneidade do corpo de prova.

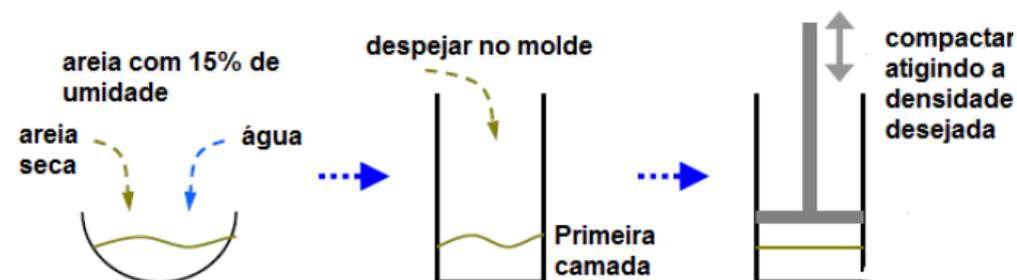


Figura 2.1 - Método Moist tamping. Fonte: Adaptado de SZE e YANG (2014) *apud* Corrêa (2018).

Segundo Corrêa (2018), inicialmente realiza-se uma mistura de material arenoso e água com até 15% de teor de umidade, despeja-se no molde e realiza-se a compactação em camadas atingindo a densidade desejada. O processo é repetido até se preencher todo o molde da célula triaxial. O teor de umidade inicial

varia de 5% para areias até 20% para solos mais finos (FREIRE, 2022).

Segundo Bruschi (2023), as características do rejeito filtrado, como gradação e teor de umidade, podem variar em uma faixa específica devido a variações inerentes relacionadas à planta de filtragem e à natureza dos rejeitos. Como resultado, o teor de umidade dos rejeitos filtrados é um fator crucial que afeta o processo de compactação e a estrutura de materiais compactados. Essa é uma grande vantagem da técnica, que permite adicionar o volume necessário de água na amostra seca, de forma a se atingir o teor de umidade pretendido, buscando se aproximar da umidade de campo ótima utilizada para a compactação. Assim, é possível simular a estrutura laminada de partículas do solo em aterros compactados de construção.

Este método é frequentemente empregado na reconstituição de amostras de areia, possibilitando a moldagem de corpos de prova com diferentes valores de índice de vazios, dependendo da energia de compactação utilizada. Essa abordagem viabiliza a atuação das forças capilares entre os grãos do solo, conforme destacado por Vaid, Sivathayalan e Stedman (1999). No entanto, vale ressaltar que os autores também mencionam a possibilidade de não uniformidade na densidade das amostras quando utilizado o método.

Segundo Ladd (1978), durante a compactação, as camadas superiores podem ficar subcompactas em comparação com as camadas inferiores, devido à transferência de energia para as camadas inferiores durante a compactação das camadas que vem acima. Ele propôs um procedimento conhecido como “subcompactação”, que incorpora um processo de compactação de areia úmida e granulada em camadas. Cada camada é compactada para uma porcentagem selecionada da densidade seca requerida e esse percentual aumenta de baixo para cima na altura do corpo de prova.

O diferencial nesse procedimento é que ele permite que cada camada fique ao final com o mesmo esforço de compactação, buscando melhorar a uniformidade dos corpos de prova, minimizando a segregação de partículas e podendo ser utilizado para uma ampla gama de massas específicas secas e totais (MULILIS, TOWNSEND e HORZ, 1978). Esta técnica de subcompactação proposta por Ladd foi utilizada no trabalho de Corrêa (2018), que consiste em se compactar cada camada com uma densidade menor do que aquela desejada através de um valor predeterminado que é definida como porcentagem de subcompactação.

De forma geral, corpos de prova de areia, preparados por meio do método de compactação com soquete, apresentam índices de vazios substancialmente superiores em comparação com aquelas alcançadas em estados seco ou saturado. Essa característica resulta das forças de tensão da água entre os grãos, conforme observado por Kuerbis e Vaid (1988). Como consequência dessa estrutura, os corpos de prova estão particularmente suscetíveis à liquefação devido à sua configuração em forma de favo de mel. Isso se deve às forças capilares entre os grãos úmidos, que podem sofrer consideráveis deformações durante o processo de saturação, devido ao abatimento do corpo de prova, resultante da remoção das forças de tensão da água entre os grãos, conforme explicado por Casagrande (1975).

2.2.2

Método de deposição de lama - Slurry Deposition (SD)

O primeiro método de reconstituição de amostras voltado para rejeitos de mineração lançados foi apresentado por Donaldson (1965), que despejou uma

pasta espessa em um molde dividido revestido por uma membrana, que em seguida adensou o corpo de prova, depois removeu os suportes e prosseguiu com o ensaio de resistência ao cisalhamento assim que a amostra conseguiu manter seu formato (REID, FANNI e FOURIE, 2022).

A técnica pode ser considerada como uma variação da pluviação úmida e foi estudada para areia limpa e siltosa inicialmente por Ishihara, Sodekawa e Tanaka (1978), porém seus corpos de prova não foram muito homogêneos para teor de finos entre 30% e 80%.

O método de deposição de lama (SD) conhecido atualmente, onde o solo é imerso em água, agitado e deixado assentar em um molde, foi proposto pela primeira vez por Kuerbis e Vaid (1988) mas foi continuamente modificado ao longo dos anos. A intenção do método proposto pelos autores supracitados seria superar o problema da segregação de partículas em areias siltosas ou mal graduadas e tentar reproduzir o arranjo estrutural das partículas de depósitos fluviais naturais ou de aterro hidráulico. Posteriormente, Carraro e Prezzi (2007) conseguiram desenvolver um método que produziu corpos de prova homogêneos de areias bem graduadas e areias siltosas.

Khalili e Wejewishkreme (2008) também estudaram uma modificação do método para uso quando se tem partículas maiores que 1mm na amostra, onde uma mistura de finos e partículas maiores é depositada com uma colher em um molde triaxial contendo um meio pastoso.

Essa técnica de reconstituição de amostras está em desenvolvimento há décadas e vem sofrendo grandes modificações. De forma geral, a técnica SD permite certa flexibilidade em relação à faixa de índices de vazios inicial alcançada, característica essa relacionada ao teor de sólidos da lama presente e ao tipo de material (ABREU, 2016). Além disso, ela se mostra superior à técnica de WP convencional por lidar melhor com materiais que contêm finos, como costuma ocorrer com rejeitos de mineração.

Estudos mais recentes desenvolvidos por Dominguez-Quintans (2019), propuseram uma modificação adicional do método SD implementado por Carraro e Prezzi (2007), que substituiu um tubo de mistura por um colar de extensão e uma bandeja de coleta colocados diretamente no topo do molde triaxial, para que o solo possa ser agitado e depositado diretamente no molde. Os autores testaram o novo aparato com dois materiais, uma areia média-fina e uma areia siltosa (teor de finos \approx 10%) e foram capazes de obter amostras uniformes sem segregação.

Corrêa (2018) cita que os corpos de prova obtidos segundo essa técnica se mostraram excepcionalmente homogêneos em relação ao índice de vazios e granulometria, independentemente da graduação e do teor de finos. Assim, esse método provou ser eficaz na preparação de misturas de silte/areia homogêneas, uniformes e replicáveis sem segregação.

Nota-se que o termo SD é amplamente utilizado na literatura para representar basicamente duas formas de preparação de amostras em lama. A primeira utilizada para areias com uma pequena quantidade de finos (geralmente menos de cerca de 15%), que são preparadas separadamente e geralmente misturadas à medida que são depositadas diretamente em um tubo de mistura ((KUEBIS e VAID, 1988) *apud* (CARRARO e PREZZI, 2008)), e a segunda para preparar materiais com maior teor de silte diretamente de uma pasta espessa e homogênea ((BRADSHAW e BAXTER, 2007); (DONAHUE, BRAY e RIEMER, 2008); (CHANG, HEYMANN e CLAYTON, 2011)).

Os estudos realizados por Carraro e Prezzi (2007) indicaram que, quando se compara amostras originais e reconstituídas pelo método, há uma perda substancial de finos na granulometria das amostras finais em comparação com a granulometria da mistura original para teor de finos acima de 10%. Ademais, teor de finos variáveis foram observados em amostras preparadas com a mesma mistura original, o que levanta questões sobre a repetibilidade do método.

No Brasil, foram publicados estudos utilizando SD com teor de finos superior a 40% (ABREU, 2016), mas estes não incluem análises claras de segregação e perda de finos. Com base no exposto acima, sugere-se que a aplicabilidade do método deve ser limitada a teor de finos não superior a 10%.

Acredita-se ainda que o método reproduz bem o ambiente de rejeitos depositados hidraulicamente, embora as comparações da estrutura com amostras indeformadas tenham sido realizadas apenas recentemente (QUINTEROS e CARRARO, 2023), consideradas para areias bem graduadas com teor de finos próximo de 5%.

É importante observar que as modificações no método estão sujeitas à possibilidade de verificação de vazamentos no aparato triaxial devido ao processo de homogeneização, assim como também apresentam uma maior propensão a falhas na montagem final das amostras, pois a pedra porosa pode se mover durante o processo de mistura.

Alguns autores propuseram modificações no método, como Murthy (2007), que fez a reconstituição de amostras, pelos métodos de MT e WP, com areias contendo teor de finos entre 5% e 15%, comparando sua resposta em compressão triaxial não drenada. Os dados apresentados por Murthy (2007) indicam que trajetórias de tensões de diferentes amostras SD (preparadas para índices de vazios semelhantes e com o mesmo teor de finos nominal) são relativamente variáveis. É possível que isso se deva às diferenças no teor de finos efetivo das amostras de SD testadas, que nem sempre correspondem consistentemente ao teor nominal da mistura inicial da amostra.

O procedimento SD sugerido por Carraro e Prezzi (2007) e mais recentemente por Abreu (2016) para preparação de corpos de provas é apresentado na Figura 2.2 e também detalhado a seguir.

- Separar uma quantidade de solo seco suficiente para obter o teor de sólidos desejado (alvo), e que deve resultar na formação de uma coluna sedimentada adequada para cortar a amostra posteriormente;
- Acrescentar o volume de água destilada no cilindro cuidadosamente para evitar formação de bolhas de ar;
- Prosseguir com a deposição do material seco dentro do molde;
- Após, fechar o cilindro e agitar o tubo de acrílico contendo a polpa virando-o de cabeça para baixo repetidamente e girando-o em torno de seu eixo continuamente por 5 minutos. Durante esse processo surgem bolhas de ar, que devem ser removidas interrompendo o procedimento de agitação de vez em quando. Quando a mistura se aparentar homogênea, remover a rolha superior e completar a mistura com água de-aired, se necessário;
- Deixar a mistura descansar dentro do tubo por um período de tempo até que os sólidos na mistura se sedimentem e uma coluna de solo com altura suficiente seja identificada, com a parte superior bem acima da altura do molde;
- Retirar a coluna de água formada acima do material sedimentado através de sucção;
- Colocar o colar no topo do molde, deslizando-o por fora do tubo cilíndrico;
- Puxar verticalmente o tubo lenta e progressivamente, deixando o material sair do seu interior e se acumular sobre o conjunto molde mais colarinho;
- Arrasar o topo do material, nivelando à altura do colar;
- Em seguida, remover o colar, aguardando alguns instantes para minimizar a perturbação do topo da amostra e então arrasar e nivelar o topo do molde;

- Após, remover o molde.

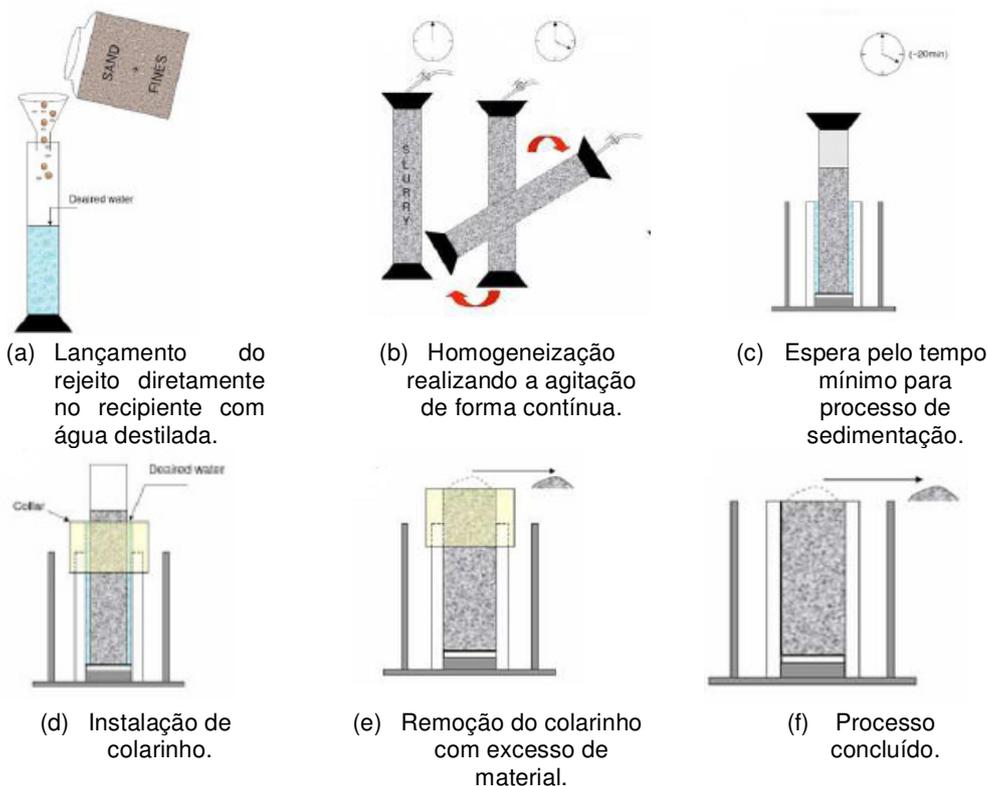


Figura 2.2 - Deposição Slurry. Fonte: Adaptado de Carraro e Prezzi (2007).

Corrêa (2018) indica em seu trabalho que a eficácia da técnica SD para produzir corpos de prova sem segregação depende de dois fatores, sendo um deles trabalhar com teores de sólidos médios a altos, e o outro uma coluna de material sedimentado relativamente alta comparada à altura do corpo de prova a ser formado. Desta forma, independentemente de qualquer diferença de tamanho ou densidade que possa haver, a segregação de partículas é minimizada na parte baixa da coluna. Este fato foi comprovado experimentalmente por Carraro e Prezzi (2008), onde os corpos de prova para ensaios triaxiais foram seccionados em diversas alturas e tiveram densidades e granulometria estudados, observando-se ótima uniformidade e homogeneidade nos resultados.

2.2.3

Método de pluviação úmida ou em água - Water Pluviation (WP)

As primeiras informações disponibilizadas na literatura a respeito da técnica de pluviação foram publicadas por Bishop e Henkel (1962). O estudo consistia na execução de ensaios triaxiais com corpos de prova de solos sem coesão preparados pelo método de pluviação úmida (WP) e pluviação a seco (AP). Na técnica, foi utilizado um aparato contendo um molde bipartido envolvendo uma membrana de borracha presa à base da célula e o topo do molde, selado com um tampão de borracha e um funil.

Georgiannou (1988) desenvolveu uma modificação do método de WP proposto por Bishop e Henkel (1962), para solos com até 10% de argila. A modificação considera a mistura de solo e água em uma garrafa, deixando-a em repouso por algumas horas para permitir a saturação. A areia assenta no fundo da garrafa, enquanto a argila permanece em suspensão. Após, a suspensão é

então despejada no molde através do funil, que posteriormente é então bloqueado com um tampão. Esse método pode ser capaz de minimizar os efeitos da segregação (HOEG, DYVIK e SANDBÆKKEN, 2000).

Esta técnica consiste em se depositar a areia seca ou saturada em um molde preenchido por água. O processo de deposição ocorre por gravidade e completamente submerso, conforme apresentado na Figura 2.3.

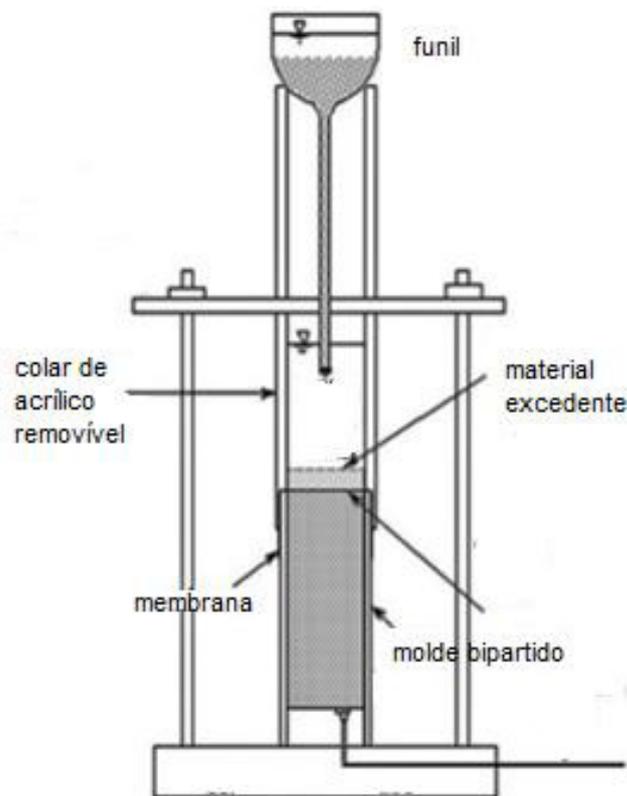


Figura 2.3 - Pluviação Úmida. Fonte: Adaptado de Frost (2019).

O método se assemelha à sedimentação natural em água, observados em ambientes aluviais. Vaid e Negusse (1988) citam que a altura de queda nesta técnica não possui influência significativa na densidade da amostra, uma vez que a areia atinge uma velocidade terminal de queda a distâncias relativamente curtas. Desta forma, é possível se obter corpos de prova relativamente uniformes e em estado geralmente fofo.

Um ponto de atenção quanto a este método, é a possibilidade de segregação de partículas durante o processo de deposição. Desta forma, o método não é adequado para solos bem graduados. O trabalho conjunto desenvolvido por Vaid, Sivathayalan e Stedman (1999) mostrou que amostras obtidas pelo método são uniformes em profundidade e têm pequeno desvio na densidade relativa. A velocidade terminal é atingida a uma altura de queda muito pequena em água, independentemente da altura total de queda. Por exemplo, partículas de areia com 0,4 mm de diâmetro atingiram a velocidade terminal em apenas 2 mm de deslocamento (VAID e NEGUSSEY, 1988).

Este método também pode ser realizado por pluviação ao ar, porém Vaid (1998) orienta que a pluviação úmida é preferível pois produz corpos de prova inicialmente saturados, que são fáceis de replicar e têm estrutura de partículas e comportamento semelhante ao dos solos aluvionares naturais.

Corpos de prova de areia preparados por meio desta técnica apresentam uma relativa uniformidade e geralmente um estado fofo. Conforme destacado inicialmente por Ladd (1978), o método de WP possui alguns problemas

significativos. Os dois mais notáveis são a segregação de partículas ao utilizar areias limpas e relativamente bem graduadas e a dificuldade de preparar amostras de ensaio com uma densidade seca específica.

2.3

Efeitos e representatividade dos diferentes métodos de preparação de corpos de prova

A abordagem do estado crítico, fortemente baseada no uso do método de reconstituição de amostra por compactação com soquete (MT), está encontrando aplicação crescente na prática de engenharia de rejeitos (REID e FANNI, 2020). No entanto, os estudos disponíveis comparando o comportamento de amostras intactas e reconstituídas de rejeitos de silte indicaram discrepâncias significativas.

Embora a técnica de preparação de amostras MT seja defendida para permitir uma medição viável da CSL, tem sido objeto de críticas consideráveis, incluindo a de que a técnica produz mais espaços vazios do que aqueles observados *in-situ* (VAID e PILLAI, 1992); (VAID e SIVATHAYALAN, 2000). Outro ponto de críticas é quanto ao perfil de densidade inicial, que não é uniforme e é considerado inadequado para ensaios com materiais arenosos.

A resposta tensão-deformação de amostras MT também é geralmente mais contrátil e frágil do que seria esperado para amostras intactas (VAID e SIVATHAYALAN, 2000). Vaid (2000) cita que amostras reconstituídas por esse método geralmente podem exibir comportamento do tipo "strain softening", devido aos índices de vazios elevados inerentes à técnica de confecção da amostra e devido à compactidade menor que 70%. Carraro e Prezzi (2008) argumentam que a técnica não simula a estrutura dos depósitos aluviais, nem garante a uniformidade da amostra e que os corpos de prova fofos e saturados de areias que contêm finos são tipicamente os mais contrácteis.

Há de fato evidências de que os métodos de pluviação úmida (WP) produzem um efeito de endurecimento por deformação semelhante a depósitos hidráulicos *in-situ* (VAID e SIVATHAYALAN, 2000). Alternativamente, outros estudos mostraram melhor alinhamento entre o comportamento no cisalhamento de MT e WP para areias e areias siltosas, juntamente com maior comportamento de amolecimento na deformação para amostras de WP (MURTHY, 2007).

Alternativamente, para solos e rejeitos constituídos predominantemente por silte, no que diz respeito ao comportamento de amostras intactas, nenhuma evidência direta parece constatar que qualquer técnica de preparação de amostra reproduz o tecido *in-situ* considerando a deposição hidráulica.

Bradshaw e Baxter (2007) em seus estudos compararam a densidade ao longo do perfil de amostras de um material siltoso reconstituídas pelas técnicas de SD e MT modificado (subcompactação), conforme resultados apresentados na Figura 2.4 a seguir.

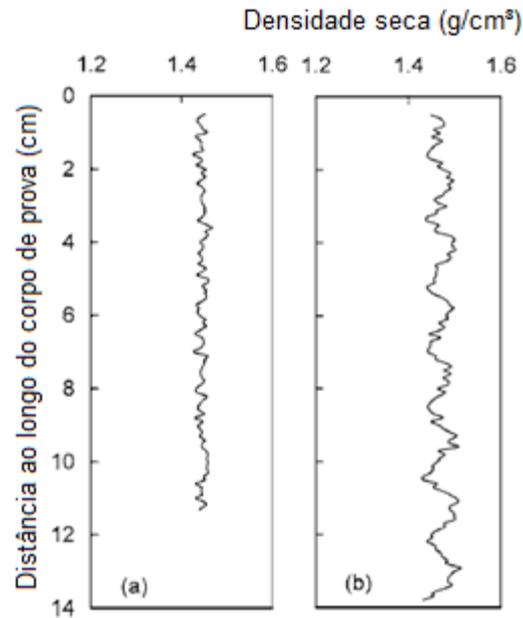


Figura 2.4 - Densidade de amostras siltosas de Wellington Ave preparadas com (a) SD, (b) MT Modificado, respectivamente. Fonte: Adaptado de Bradshaw e Baxter (2007).

É possível observar que a amostra reconstituída pelo método SD apresenta maior uniformidade ao longo do perfil. Resultados semelhantes sobre a uniformidade de amostras SD foram encontrados por Ahmadi-Naghadeh e Toker (2018). Como é difícil obter amostras com exatamente a mesma densidade inicial por diferentes métodos de preparação, considera-se que as diferenças sejam possivelmente atribuídas às densidades iniciais ligeiramente diferentes.

Wood *et al* (2008) estudaram os efeitos dos métodos de reconstituição de amostra na densidade relativa de uma areia com teor de finos entre 10% e 40%. Os autores consideraram cinco métodos diferentes para formar amostras reconstituídas, dentre eles o SD e AP. Como resultado, identificou-se que a deposição com funil a seco pareceu criar camadas inclinadas e uma concentração um pouco menor de finos mais perto do centro da amostra (radialmente). Observou-se também que as amostras de AP apresentaram estratificação, embora tenham sido preparadas com teor de finos em torno de 10%. Constatou-se também que o método SD resultou em uma maior perda de finos inicial nominal em comparação com outros métodos.

Anteriormente, Lagioia *et al* (2006) desenvolveram um aparato para reconstituir amostras de areia diretamente no aparelho triaxial por meio das técnicas de pluviação ao ar, pluviação úmida e sob vácuo. A densidade alvo foi alcançada alterando a altura de queda e intensidade de deposição. A densidade relativa máxima resultante, referida aos limites dos testes padrão, chegou a 140%. A densidade da técnica WP é independente da intensidade de deposição e da altura da queda. Para outras densidades alvo, os melhores resultados em termos de uniformidade da amostra são alcançados pela pluviação sob vácuo com uma seleção apropriada de intensidade de deposição e altura de queda.

No método SD estudado por Carraro e Prezzi (2007), chegou-se à conclusão que o teor de finos da mistura de solo seco foi consistentemente maior do que o da amostra reconstituída medido após o teste, ou seja, parte dos finos foi perdida no processo de preparação da amostra. Para as misturas artificiais do estudo, os autores sugerem que “devem ser incorporadas maiores quantidades de silte durante a mistura para que se obtenha um dado teor de finos”.

Essa variação do teor de finos pode ser melhor verificada na Figura 2.5 a seguir. A partir do gráfico é possível observar que, o teor de finos final não

aumenta significativamente acima de 15%, mesmo quando o teor de finos da mistura inicial aumenta de 25% para 30% e, para um determinado teor de finos inicial, uma faixa relativamente grande de teor de finos final pode ser obtida (CARRARO e PREZZI, 2008).

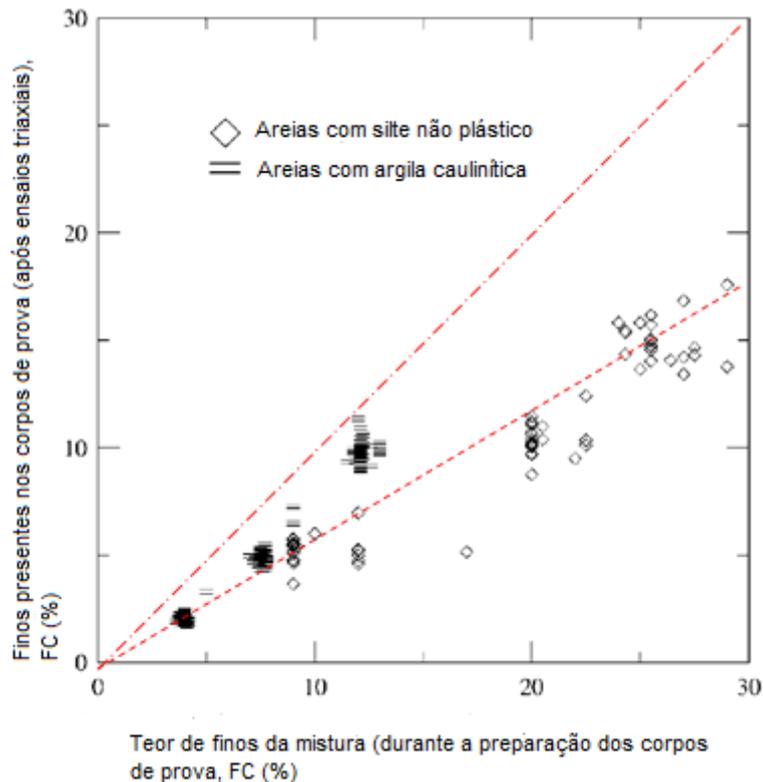


Figura 2.5 - Teor de finos da amostra reconstituída em relação ao teor de finos da mistura de preparação. Fonte: Adaptado de Carraro e Prezzi (2008).

Li e Coop (2018) testaram amostras de rejeitos de rejeito de minério de ferro coletadas das camadas superficiais do reservatório de Panzihua (China) nas áreas da lagoa (teor de finos $\approx 90\%$), praia média (teor de finos $\approx 60\%$) e praia alta (teor de finos $\approx 15\%$). As amostras foram reconstituídas pelos métodos de MT e SD. Os autores concluíram que as amostras apresentaram comportamento mecânico semelhante entre níveis de deformação pequenos e médios, embora pequenas diferenças ainda possam ser vistas nos comprimentos das caudas dilatantes nos resultados dos ensaios triaxiais.

A matriz de solo resultante dos diferentes métodos de preparação também foi avaliada por meio de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), o qual apontou pouca diferença para as amostras de lagoa e praia média (LI e COOP, 2018). As amostras mais grossas da praia alta, preparadas por MT mostraram flocos de silte ao redor de partículas arenosas maiores, enquanto as amostras preparadas com SD apresentaram partículas siltosas dispersas ao redor e entre as partículas arenosas. Isso é semelhante ao observado por Chang (2011), mas menos pronunciado. Os autores sugeriram que essa diferença pode ser devido à mineralogia ou ao fato de Chang (2011) ter adotado um modo de compactação estático.

Estudos realizados recentemente por Reid *et al* (2022) citam que simular em laboratório uma provável faixa de densidades que representem o comportamento do solo *in-situ* é um desafio. Embora seja trivial o processo de reconstituição de uma amostra, ainda permanecem dúvidas sobre se a densidade reproduzida será representativa das condições *in-situ*. Em particular, a preparação de amostras para ensaios triaxiais a partir de deposição de lama é particularmente desafiador,

pois uma série de etapas são necessárias para permitir que tais amostras sejam “independentes”, onde cada uma dessas etapas pode levar a uma leve perturbação e, portanto, à densificação da amostra.

No estudo de Reid *et al* (2022) buscou-se alcançar densidades utilizando um método de preparação SD em um rejeito predominantemente siltoso e como as perturbações associadas à preparação de uma amostra para ensaio triaxial (remoção do molde, aplicação de sucção, colocação da tampa superior, movimentação da amostra etc.), faziam com que ela se densificasse naturalmente. Os autores também destacaram o quanto é importante ter cuidado ao extrapolar evidências coletadas em areias limpas para aplicações em solos siltosos e rejeitos.

As opiniões sobre a técnica mais adequada para reconstituir solos variam significativamente. Enquanto dentro do setor acadêmico há uma defesa significativa de técnicas SD em rejeitos, a prática de engenharia tem utilizado a técnica de MT de forma predominante. Não se observou uso significativo da técnica WP para rejeitos, se limitando mais a aplicação em areias limpas.

O trabalho de Reid *et al* (2022) também cita que a técnica MT oferece benefícios como sua capacidade de permitir o preparo de amostras soltas e gradativamente homogêneas, que são adequadas para identificação da linha de estado crítico (CSL). Os defensores do SD apontam para a não uniformidade da densidade inicial das amostras de MT e a estrutura diferente das condições *in-situ*, além das densidades muito soltas resultantes da técnica que, na opinião dos autores, é conservador e não realista em relação às condições de campo.

Além da perturbação das amostras, também é importante se considerar o efeito dos aspectos da preparação do corpo de prova pela técnica SD, que podem causar densificação e subsequente não uniformidade do corpo de prova. Reid *et al* (2022) mostram uma redução do índice de vazios ao longo da altura das amostras por essa técnica, resultando em valores médios mais baixos quando a parte superior das amostras é aparada (Figura 2.6).

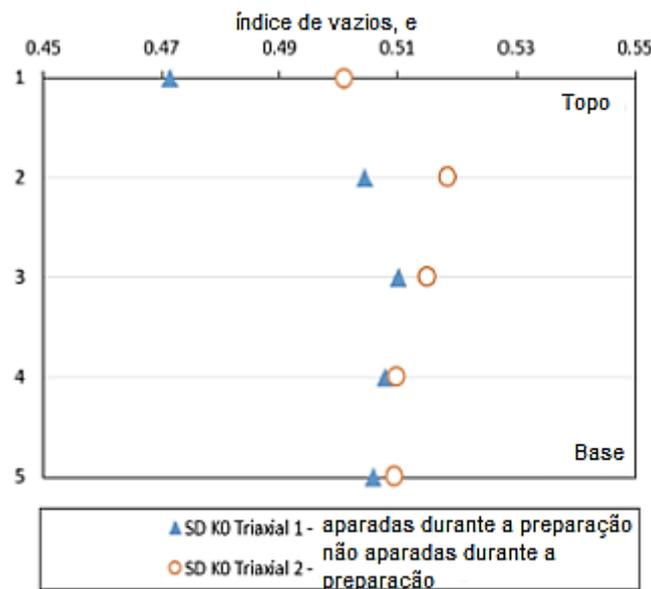


Figura 2.6 - Comparação de densidades das camadas para amostras SD aparadas e não aparadas durante a preparação. Fonte: Adaptado de Reid e Fourie (2022).

Cobrinovski e Ishihara (2002) realizaram estudos em mais de 300 solos arenosos naturais, incluindo areias limpas, areias finas e areias contendo pequenas quantidades de finos para avaliar a influência de materiais finos, granulometria, composição e formato das partículas no índice de vazios máximo

e mínimo. O estudo verificou que os procedimentos convencionais para determinação do índice de vazios máximo e índice de vazios mínimos (para areias com até 30% de finos) podem fornecer valores razoavelmente consistentes.

A Figura 2.7 mostra a correlação entre os índices de vazios máximos (e_{max}) e mínimos (e_{min}) dos solos compilados. O levantamento abrangeu a faixa de granulação grossa dos solos como cascalhos, areias pedregulhosas, areias grossas e também de areias contendo finos. Como esperado, os índices de vazios aumentam com a diminuição do tamanho do grão do solo, enquanto areias pedregulhosas, areias limpas e areias com finos são gradualmente posicionados para cima gráfico. Eventualmente os maiores valores de e_{max} e e_{min} são encontrados em solos siltsos. Desta forma, os valores determinados no ensaio podem sofrer variações em função da própria natureza do material em estudo.

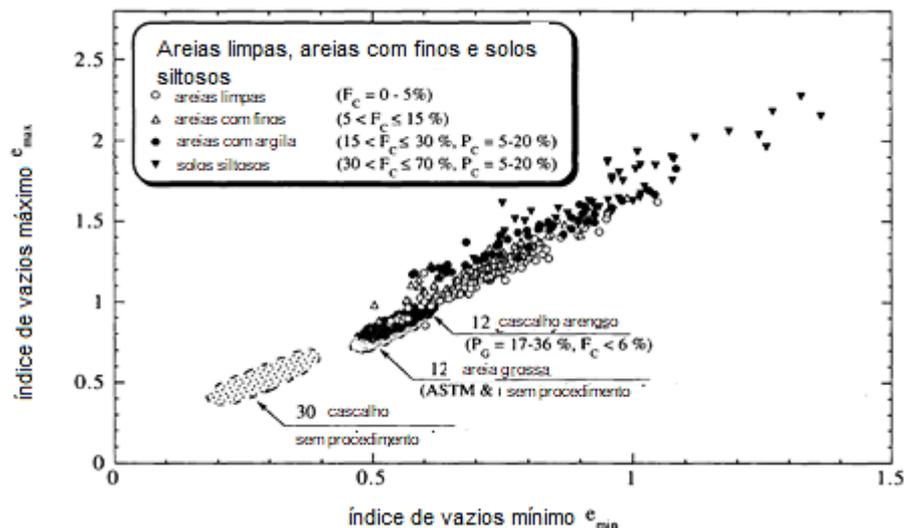


Figura 2.7 - Correlação de índices de vazios em 300 depósitos de areia naturais. Fonte: Adaptado de Cubrinovski e Ishihara (2002).

A Figura 2.8 a seguir apresenta um estudo de Yang *et al* (2014) sobre areias de Toyoura cuja determinação do índice de vazios foi realizada por 13 estudos independentes. Segundo os autores, pode-se observar que os dados estão bem agrupados e mostram uma dispersão razoavelmente pequena em torno dos valores médios de e_{max} e e_{min} , com desvio padrão de 0,8% e 1,14%, respectivamente.

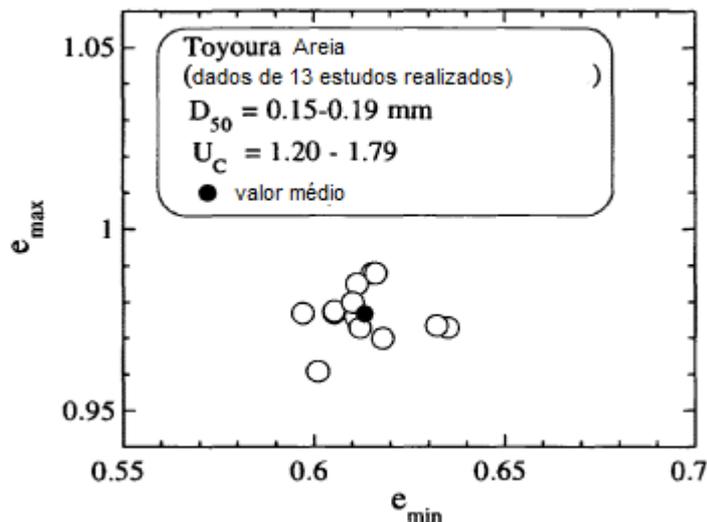


Figura 2.8 - e_{\max} e e_{\min} de areias de Toyoura determinadas em 13 estudos independentes usando a técnica convencional de determinação de índice de vazios. Fonte: Adaptado de Yang et al (2014).

A relação entre a variação do índice de vazios, compressibilidade e potencial de liquefação de areias não é bem entendido quando o solo possui finos não plásticos (silte), uma vez que esses finos afetam os limites de índice de vazios mínimo e máximo e a estrutura da areia, causando mudanças não triviais no comportamento do material (LADE, LIGGIO e YAMAMURO, 1998).

Estudos realizados por Bhatia e Soliman (1990) determinaram a frequência de distribuição do índice de vazios de três materiais granulares, sendo eles: areia para vidro (formato esférico), areia de Ottawa (grãos em formato arredondado) e areia silicosa Cristal (grãos angulares). Os corpos de prova foram preparados em diferentes densidades (nas condições fofa, média e compacta) e com resina epóxi para manter sua estrutura. O cálculo da frequência de distribuição uniforme dos grãos foi realizado através de cálculo estatístico por seções obtidas de imagens de alta resolução. O índice de vazios para a areia de vidro variou de 0,54 a 0,72, areia de Ottawa entre 0,52 e 0,75 e a areia silicosa Cristal de 0,80 a 1,02.

Observou-se que para os todos os corpos de prova, a frequência de distribuição dos vazios era diretamente relacionada à densidade relativa. Considerando a condição mais compacta (CR = 100%), é possível observar um desvio padrão do índice de vazios maior na areia silicosa Cristal em relação às demais amostras. Isso indica que as amostras Cristal são mais heterogêneas, conforme apresentado na Figura 2.9.

Observa-se também que a frequência de distribuição da areia para vidro pode se aproximar de uma distribuição exponencial negativa, indicando que há mudanças no formato esférico para angular dos grãos à medida em que se densifica a amostra e conseqüentemente reduz o índice de vazios. Constata-se também que cada material possui seu índice de vazios mínimo e o índice de vazios máximo e é totalmente dependente do estado de compactação relativa do material, com exceção da areia para vidro, em que o índice de vazios não aumenta com a redução da densidade relativa devido à facilidade de colapso dos vazios no material (formato esférico).

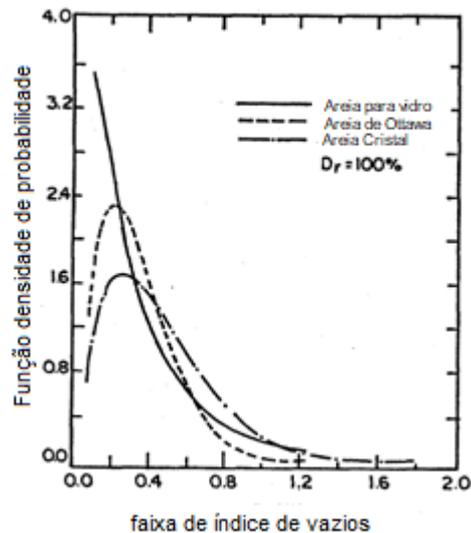


Figura 2.9 - Efeito do formato dos grãos na frequência de distribuição de índice de vazios.
Fonte: Adaptado de Bhatia e Soliman (1990).

Kodicherla (2018) investigou os efeitos de diferentes métodos de reconstituição de amostra na anisotropia de arranjo estrutural das partículas de amostras de areia, sendo eles: compactação seca e compactação úmida com soquete, e pluviação seca e pluviação úmida. Uma abordagem foi usada para quantificar a anisotropia inerente da matriz em termos da magnitude do vetor baseada em um tensor de segunda ordem. Além disso, investigou-se os efeitos da variação do índice de vazios e densidade relativa. O estudo mostra que as amostras preparadas por métodos de pluviação possuem anisotropia de arranjo de partículas inerente mais pronunciada do que aquelas por métodos de compactação. Entre todos os métodos considerados nesta investigação, o método de pluviação seca forneceu o mais alto grau de anisotropia no arranjo de partículas. É também apresentado no estudo que a altura de queda aparenta não afetar efetivamente na densidade da amostra. Além disso, descobriu-se que nenhum efeito significativo na variação de vazios é observado ao usar diferentes métodos de compactação, que podem ser atribuídos ao fato de que a areia utilizada no estudo não é bem graduada.

Frost (2019) cita que a entropia da razão de vazios pode ser usada para descrever o grau de desordem das distribuições locais dos espaços vazios no meio. Valores mais elevados de entropia de vazios implicam um maior grau de desordem na distribuição local, o que por sua vez sugere que os índices de vazios locais são distribuídos de forma mais aleatória. A aleatoriedade dos vazios para cada superfície das amostras examinadas no estudo foi calculada e plotada em relação à razão de vazios local média na Figura 2.10.

Conforme observado, para superfícies horizontais e verticais, o valor da entropia da razão de vazios, H_v , geralmente aumenta à medida que o valor da taxa média de vazios locais, μ , aumenta. As três linhas de tendência linear são essencialmente paralelas entre si, com os valores de entropia da razão de vazios nas amostras SD sendo visivelmente maiores do que aqueles nas amostras AP e MT. Isto indica menos incerteza na distribuição dos vazios locais nas amostras AP e MT e, portanto, um aumento inferido no grau de uniformidade. Uma revisão das distribuições locais de índice de vazios mostra que a maior entropia de índice de vazios das amostras WP se deve ao fato de que as frequências em intervalos de índice de vazios superiores a cerca de 0,7 são tipicamente 1,5 a 2 vezes maiores do que aquelas de AP e MT. Isto é provavelmente o resultado da condição inicial solta que existe imediatamente após a deposição na água e da entrada de energia relativamente menor para a amostra durante o processo de densificação.

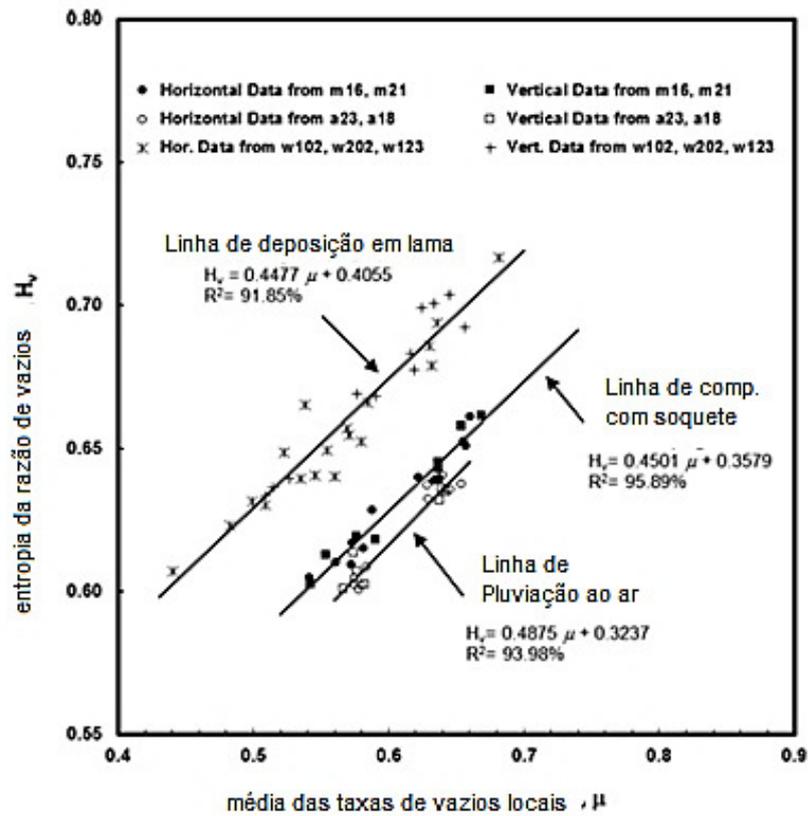


Figura 2.10 - Relação entre entropia de razão de vazios e média de taxas de vazios locais para pluviação ao ar, compactação com soquete e deposição de lama. Fonte: Adaptado de Frost (2019).

Ademais, um breve resumo das técnicas de reconstituição de amostras para materiais não coesivos abordadas neste trabalho são apresentadas na Tabela 2.2. Na tabela supracitada, são apresentadas algumas diferenças gerais, vantagens e desvantagens entre as técnicas foco deste trabalho.

Tabela 2.2 - Comparação entre técnicas de reconstituição de amostras. Fonte: Adaptado de Khalili (2008).

| Método | Tipo de material | Breve descrição | Vantagens | Desvantagens | Referência |
|------------------------|--|--|---|---|---|
| Moist Tamping (MT) | Todos os tipos (areia, silte e argila) | Deposição de solo úmido em camadas, compactado com soquete | - Assemelha-se a compactação em campo; -Simples e reprodutível. | - Mais propenso a exibir liquefação; - Produz amostras não homogêneas e pode não simular a estrutura de depósitos aluviais. | - Castro (1969); - Casagrande (1979) |
| Slurry Deposition (SD) | Areias + até 10% de finos | Deposição homogênea em formato de lama | - Assemelha-se a deposição hidráulica; -Cria amostras uniformes. | - Requer ferramentas especiais; -Difícil de atingir densidades relativas baixas (~ 55%); -Difícil de visar uma densidade específica; -Quando finos estão presentes pode haver segregação na coluna de agitação; - Não é adequado para > 10% de finos devido à segregação e repetibilidade do teor de finos. | - Carraro & Prezzi (2007) |
| Water Pluviation (WP) | Areias | Deposição por gravidade de partículas na água | -Assemelha-se a deposição hidráulica. | Estrutura preferencial que se comporta de forma semelhante aos depósitos aluviais naturais, mas falha quando usado para areias finas, o que causa a segregação; -Difícil de atingir densidades relativas baixas (~ 55%); -Pode causar acamamento. | - Vaid & Negusse (1988); - Miura & Toki (1982) |

2.4

Influência da preparação de corpos de prova na microestrutura

De acordo com Carvalho (2012), na Mecânica dos Solos, o termo “estrutura” tem sido amplamente empregado para designar a maneira que as partículas são dispostas para formar o esqueleto do solo. A estrutura se refere à disposição física dos minerais na massa de solo (IBÁÑEZ, 2008). Isto inclui o arranjo dos grãos, a agregação e a cimentação destes, a distribuição e tamanho dos poros, e as feições reliquias, como foliações, fissuras ou bandas de cisalhamento.

A ligação entre as partículas fornece um componente de resistência e rigidez que se desenvolveu progressivamente à medida em que o solo evoluiu, e que está em equilíbrio e associado com o estado de tensão atual *in-situ*, sendo pequeno o efeito das tensões à que esteve submetido no passado (DELCOURT, 2018).

A estrutura e, particularmente, a ligação entre as partículas, são sensíveis à perturbação durante a sondagem e amostragem, podendo ser facilmente destruídas. As ligações entre as partículas também podem ser desfeitas pelas deformações impostas durante os estágios iniciais dos ensaios de cisalhamento, sendo então a resistência e rigidez do solo *in-situ* subestimadas (DELCOURT, 2018).

Os primeiros estudos ligados às relações entre a matriz do solo e propriedades de materiais granulares foram desenvolvidos por Oda (1972). Amostras de areia foram secas em estufa e depositadas em um molde cilíndrico (5cm x 10cm) e posteriormente compactado de forma direta (técnica MT) e de forma indireta, com o soquete batendo na parede do molde. Para manter a estrutura, utilizou-se resina de poliéster para observação em microscópio óptico, com a finalidade de se encontrar orientações preferenciais e relações espaciais entre partículas. Cabe ressaltar que a viscosidade da resina de poliéster utilizada no estudo foi suficientemente baixa para penetrar em espaços vazios ao longo dos grãos sem perturbar a matriz de solo.

Observou-se que as configurações do arranjo estrutural de partículas não-esféricas são determinadas não apenas pela forma das partículas, mas também pelo método de compactação. Areias que são compostas de partículas planas ou alongadas indicam forte característica anisotrópica no arranjo da estrutura, conforme observado nas Figura 2.11 e Figura 2.12.

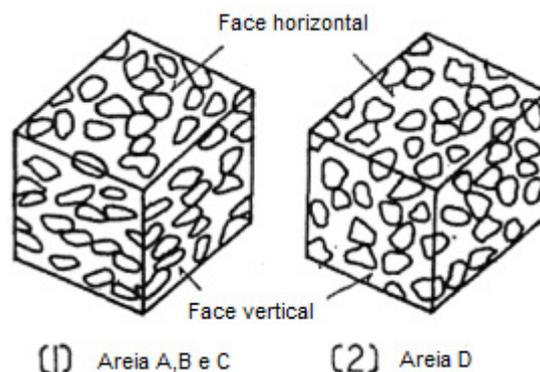


Figura 2.11 - Orientação das partículas compactadas com soquete de forma direta. Fonte: Adaptado de Oda (1972).

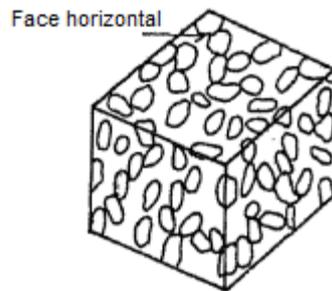


Figura 2.12 - Orientação das partículas compactadas com soquete de forma indireta. Fonte: Adaptado de Oda (1972).

Lupini *et al* (1980) estudaram o comportamento de uma argila de baixa plasticidade por meio da avaliação da microestrutura em diferentes níveis de detalhes, considerando o uso de câmera polaroide, microscópio óptico e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Chegou-se à conclusão de que o uso desses métodos pode gerar informações qualitativas importantes para o entendimento do comportamento do solo.

As avaliações foram realizadas considerando as amostras indeformadas e reconstituídas pelo método SD de dois tipos de argilas de baixa plasticidade para a execução de ensaios de cisalhamento, conforme apresentado nas Figura 2.13.

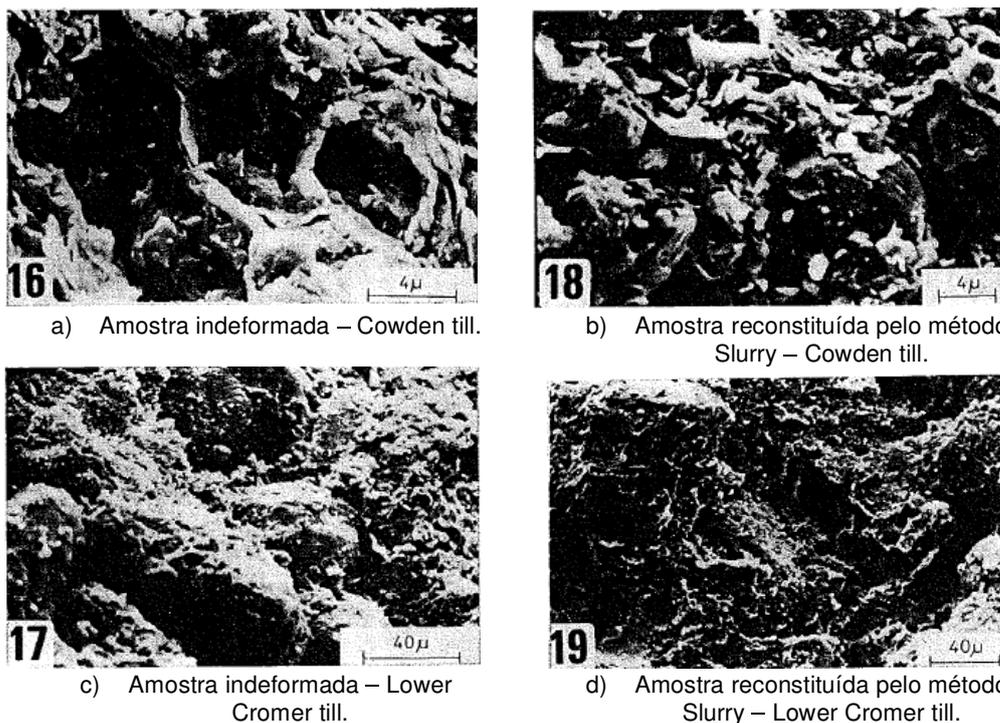


Figura 2.13 - Comparações da matriz entre amostras intactas e reconstituídas através de microscópio eletrônico. Fonte: Lupini *et al* (1980).

De acordo com os autores, obteve-se similaridade nos resultados comparando amostras intactas e reconstituídas. Nas amostras reconstituídas é possível observar que não há uma fração granulométrica dominante, a não ser que ocorra segregação durante o processo. Outro ponto de observação é a presença de partículas de argila bem orientadas no entorno de grãos de areia e silte tanto em amostras intactas quanto remoldadas. Também é possível observar maior uniformidade de distribuição de partículas na amostra reconstituída pelo método de SD. Observou-se também que, tanto em areias quanto em argilas, pode ocorrer segregação de partículas ocasionadas pelo processo de

reconstituição.

Os dois materiais apresentaram respostas diferentes quanto ao comportamento tensão-deformação para baixas tensões de confinamento e essas diferenças podem ser reflexo das diferenças encontradas em sua microestrutura (imagens 16 e 17 da Figura 2.13). No Lower Cromer Till, a microestrutura poderia ter um comportamento de areia fofa, desde que a estrutura granular fosse dominante. Por outro lado, a microestrutura do Cowden Till sugere maiores espaços vazios, com maior interação de contato grão a grão, e não dominância da fração de areia.

Gillott (1969) realizou um estudo da matriz de sedimentos com materiais finos através de observação por meio de imagens de microscópio óptico. O interesse particular da pesquisa foi a observação dos contatos entre cristais, em particular dolomitos, e disposição dos minerais não carbonáticos ao longo de contornos e bordas, além da orientação dos minerais em geral. A comparação foi realizada considerando amostras indeformadas de argila secas por três diferentes técnicas: secagem em condições ambientes, secagem por liofilização (amostra congelada e posteriormente seca através do processo de sublimação) e por aquecimento (elevação da temperatura até um ponto crítico).

Esse processo foi realizado considerando corpos de prova de argilas pré-adensadas e normalmente adensadas. Através das imagens obtidas por meio de microscópio óptico, observou-se fraturamento das amostras devido ao processo de secagem. Também se observou que as amostras pré-adensadas indicaram orientação preferencial dos minerais, enquanto as amostras de argila normalmente ou levemente pré-adensadas apresentaram orientação aleatória dos minerais.

O estudo também realizou observações com microscópio óptico em rochas silicosas, advindas do mineral quartzo. A Figura 2.14 a seguir apresenta os resultados da avaliação microestrutural das amostras em estudo, considerando o material advindo de Ágata, no Brasil. É possível observar, segundo o autor, que a sílica possui superfícies não muito bem distintas, com um aspecto amorfo, porém os cristais de quartzo possuem faces mais planas e cristalinas.

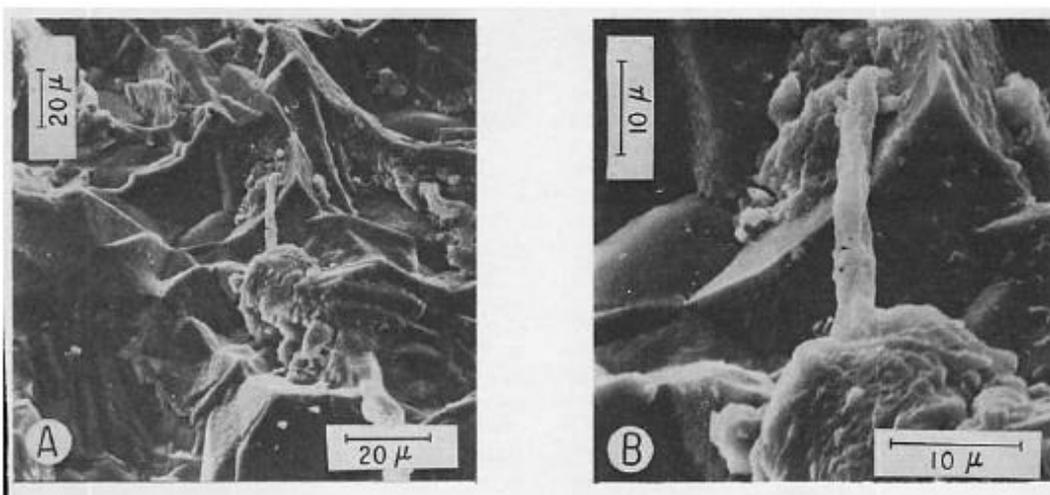


Figura 2.14 - Imagens de microscópio óptico de rochas silicosas. Fonte: Gillott (1969).

Yusa e Bowman (2019), em seus estudos avaliando a susceptibilidade a liquefação em areias, concluíram que há também outros fatores e observações relacionadas à matriz do solo que podem ter uma grande influência no comportamento de susceptibilidade à liquefação. Dentre eles, a segregação de diferentes tamanhos de partículas na amostra e os efeitos químicos em contatos de inter-partículas que podem se desenvolver em amostras úmidas devido à

abrasão gerada durante a compactação ou vibração. Análises químicas e de microscopia eletrônica de alta resolução das superfícies das partículas antes e depois da compactação (para o caso de MT) podem fornecer dados úteis sobre fenômenos químicos e de textura superficial.

Recentemente, Quinteros e Carraro (2023) compararam amostras reconstituídas e indeformadas de uma areia fluvial bem graduada (teor de finos $\approx 5\%$) recuperada por congelamento do solo. As amostras foram coletadas com um sistema de barrilete de tubo triplo que permitia a circulação de ar frio, a uma profundidade em que a tensão vertical *in-situ* era suficiente para suprimir a expansão por congelamento.

As amostras foram reconstituídas por pluviação ao ar (AP), compactação com soquete (MT), pluviação úmida (WP) e deposição de lama (SD). O arranjo estrutural das partículas foi avaliado por meio microtomografia computadorizada por raios X (MCT), que atingiu um tamanho de voxel em torno de 20 μm (Figura 2.15). Os autores realizaram uma análise quantitativa de imagens para obter certas descrições de arranjo e concluíram que o arranjo obtido com o método de SD ofereceu a melhor aproximação da amostra indeformada de areia.

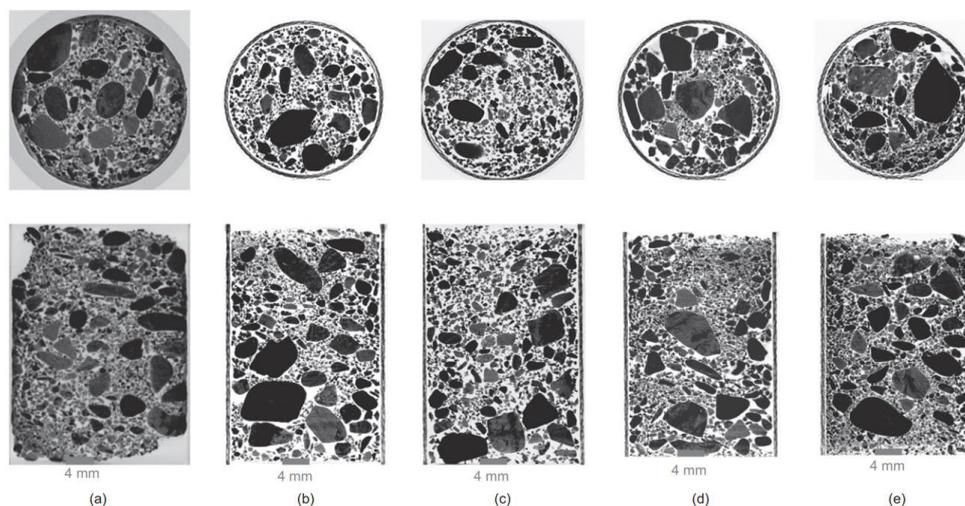


Figura 2.15 - Imagens de tomografia computadorizada de amostra (a) congelada, (b) AP, (c) MT, (d) WP (e) SD. Fonte: Quinteros e Carraro (2023).

Um estudo de caracterização e simulação tridimensional da matriz de um solo arenoso anisotrópico foi realizado por Masad e Muhunthan (2000) na qual as amostras foram preparadas com resina e a técnica de análise de imagens permitiu visualizar a variação da porosidade em nível macro e microscópico. O tecido do solo e a anisotropia é caracterizada por duas funções direcionais. Cada uma dessas funções tem dois componentes: um valor médio que descreve a condição isotrópica e um tensor desviatório que representa o desvio da média. Eles mostram a distribuição relativa de vazios de ar e sua conectividade em diferentes direções. As funções também são utilizadas para simular a estrutura anisotrópica tridimensional dos solos em um computador, conforme apresentado na Figura 2.16. O vetor direcional das análises mostrou que as imagens verticais tinham mais e maiores vazios na direção horizontal do que na vertical. A alta porosidade espacial correlacionada com o índice de vazios também pode indicar uma maior permeabilidade em uma dada direção.

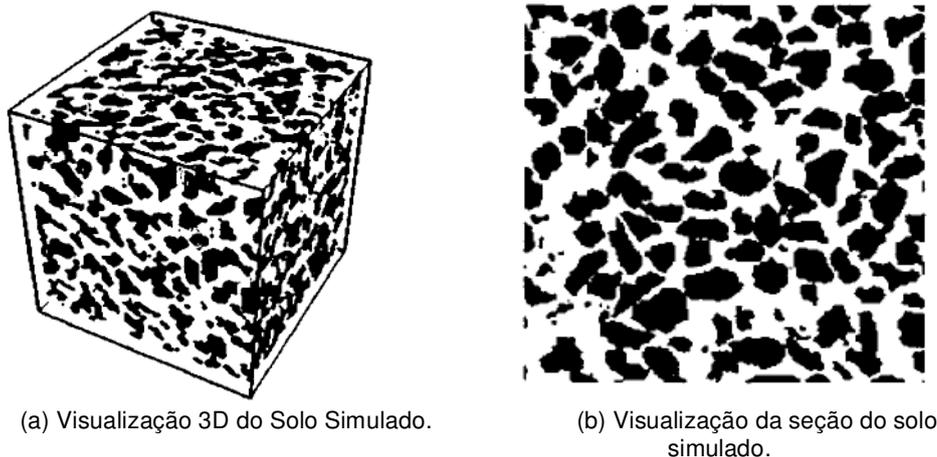


Figura 2.16 - Visualização 3D da matriz do solo simulado e sua seção da areia de Ottawa.
 Fonte: Masad e Muhunthan (2000).
 Nota: Todas as Dimensões Laterais = 5,0 mm.

O estudo de Yamamuro (2008) fez a avaliação da microestrutura através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de corpos de prova de silte arenoso de Nevada preparados com resina epóxi, consolidados a 25 kPa. Estes foram preparados pelos métodos de AP e sedimentação úmida (WD), variando o teor de silte das amostras (entre 10 e 40%), e buscando manter a mesma densidade por ambos os métodos, conforme apresentado na Figura 2.17.

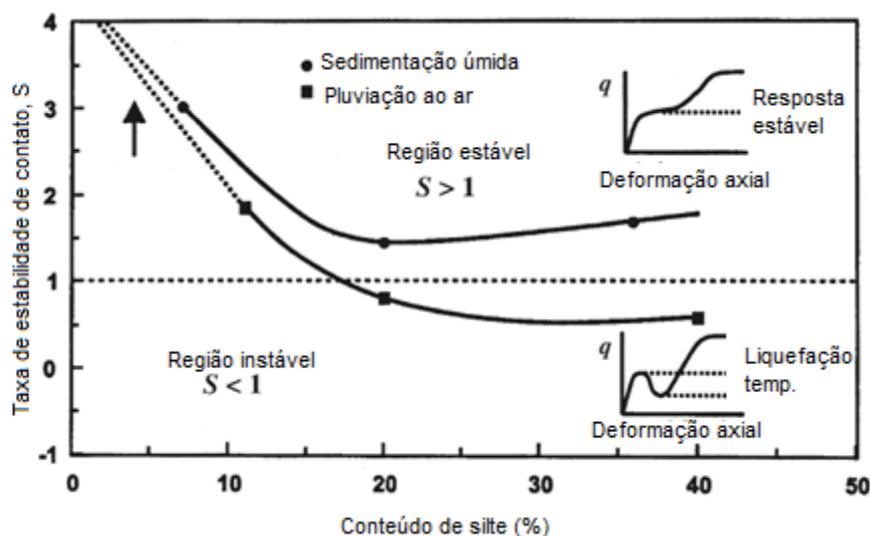


Figura 2.17 - Estabilidade de contato entre grãos versus teor de silte nas amostras. Comparação entre pluviação a seco e sedimentação úmida. Fonte: Adaptado de Yamamuro *et al* (2008).

No estudo, foi possível avaliar a evolução da estrutura do contato entre grãos durante o cisalhamento em nível microscópico. Observou-se nos estudos o potencial de estabilidade e instabilidade do contato entre grãos, sendo a instabilidade mais pronunciada pela técnica AP e o aumento do teor de silte resultando em uma amostra mais contrativa considerando a condição não drenada.

Esse comportamento pode estar associado à movimentação dos grãos durante o cisalhamento, no qual os grãos de silte são realocados nos espaços vazios e os grãos maiores de areia se movem de forma estável posteriormente. Maiores detalhes podem ser observados na Figura 2.18 e Figura 2.19 a seguir. A

pesquisa sugere que a identificação do contato entre grãos em depósitos contendo materiais não plásticos e no estado fofo pode ser determinante para o entendimento da técnica de reconstituição de amostras mais apropriada em laboratório a fim de se estudar fenômenos associados à liquefação.

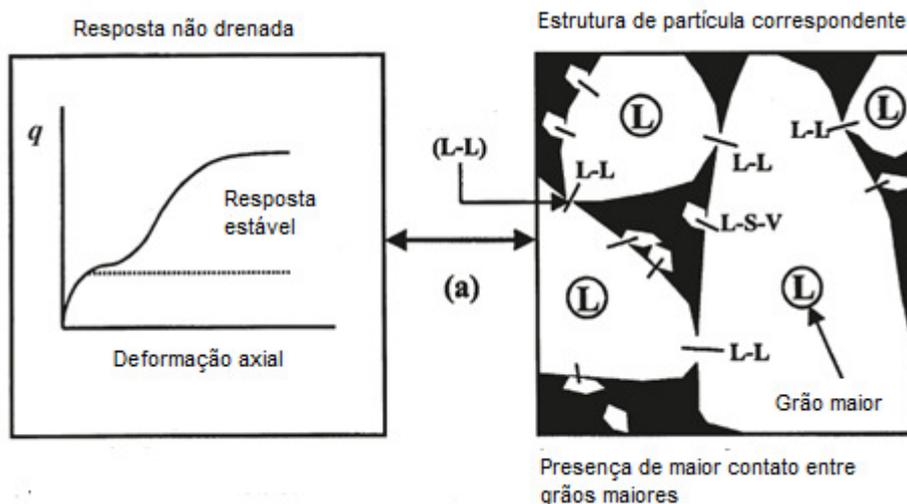


Figura 2.18 - Contato entre grãos que podem ocasionar em um comportamento estável durante o cisalhamento não drenado. Fonte: Adaptado de Yamamuro *et al* (2008).

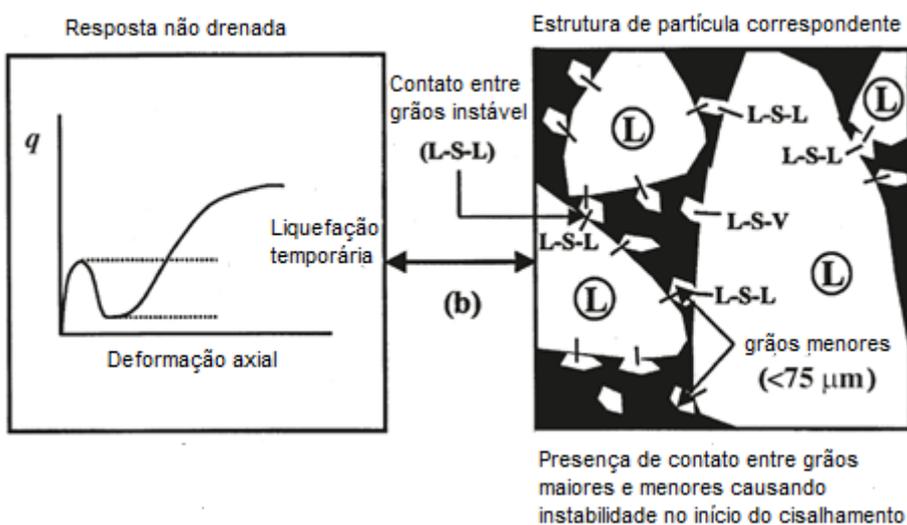


Figura 2.19 - Contato entre grãos que podendo ocasionar em um comportamento instável durante o cisalhamento não drenado. Fonte: Adaptado de Yamamuro *et al* (2008).

Chang (2011) realizou uma pesquisa que buscou avaliar o arranjo estrutural de amostras de rejeito reconstituídas comparadas com amostras indeformadas coletadas em campo, em uma barragem de rejeitos de ouro em Joanesburgo, África do Sul. Os rejeitos da lagoa eram predominantemente siltosos, com baixa plasticidade, enquanto os rejeitos das praias superiores e inferiores eram silto-arenosos, com cerca de 30% e 50% de finos, respectivamente.

As amostras foram reconstituídas com o método SD e MT. O autor enfrentou dificuldades para atingir altos índices de vazios com os rejeitos da praia, recorrendo ao uso de floclantes. Como resultados, foi possível observar que todas as amostras de rejeito da lagoa (reconstituídas e indeformadas) tinham partículas grandes imersas em uma matriz de partículas planas e o método de preparação da amostra não consegue representar de forma fidedigna a matriz de rejeitos da amostra indeformada em campo.

As amostras da praia mostraram que as amostras indeformadas e reconstituídas por SD tinham arranjos estruturais semelhantes com partículas planas presentes ao redor e entre as partículas maiores, enquanto a compactação com soquete criou um arranjo onde flocos de partículas estavam dispersos ao redor de partículas maiores, muitas vezes impedindo seu contato, conforme observado nos resultados obtidos por meio de MEV da Figura 2.20 e a representação gráfica das respectivas matrizes na Figura 2.21.

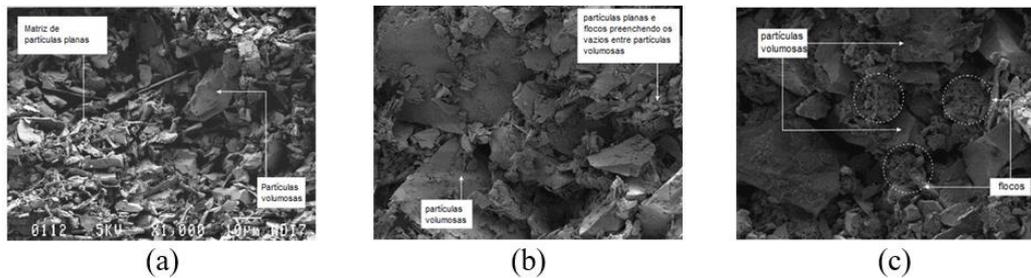


Figura 2.20 - Resultados de MEV realizados em amostras de rejeitos: (a) Indeformada; (b) SD; (c) MT. Fonte: adaptado de (CHANG, 2011).

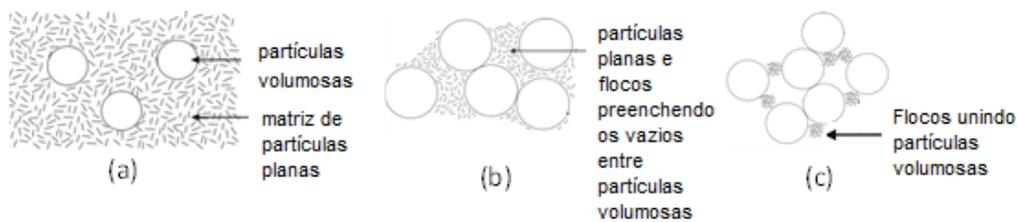


Figura 2.21 - Representação dos tecidos de amostras de rejeitos: (a) Indeformada; (b) SD; (c) MT. Fonte: adaptado de (CHANG, 2011).

A Tabela 3.2 Tabela 2.1 a seguir apresenta um breve resumo da influência da microestrutura na preparação de corpos de prova segundo diferentes autores.

Tabela 2.3 - Resumo da influência da microestrutura na preparação de corpos de prova, conforme literatura.

| Técnica de reconstrução | Ensaio de microestrutura | Constatação | Referência |
|--|--|--|----------------------------|
| MT e de forma indireta, com o soquete batendo na parede do molde | Microscópio óptico | Observou-se que as configurações do arranjo estrutural de partículas não-esféricas são determinadas não apenas pela forma das partículas, mas também pelo método de compactação. Areias que são compostas de partículas planas ou alongadas indicam forte característica anisotrópica no arranjo da estrutura | Oda (1972) |
| Amostra indeformada e SD | Câmera polaroide, microscópio óptico e MEV | Chegou-se à conclusão de que o uso desses métodos pode gerar informações qualitativas importantes para o entendimento do comportamento do solo. | Lupini et al (1980) |
| amostras indeformadas e argila secas por três diferentes técnicas | Microscópio óptico | Amostras pré-adensadas indicaram orientação preferencial dos minerais, enquanto as amostras de argila normalmente ou levemente pré-adensadas apresentaram orientação aleatória dos minerais | Gillott (1969) |
| Amostras indeformadas e reconstituídas por AP, MT, pluviação, WP e SD. | Microtomografia computadorizada | Arranjo obtido com o método de deposição de lama ofereceu a melhor aproximação da amostra indeformada de areia | Quinteros e Cairaro (2023) |
| AP, WD | MEV | Avaliação do potencial de estabilidade e instabilidade do contato entre grãos, sendo a instabilidade mais pronunciada pela técnica AP | Yamamuro (2008) |
| Indeformada e SD e MT | MEV | Como resultados, foi possível observar que todas as amostras de rejeito da lagoa (reconstituídas e indeformadas) tinham partículas grandes imersas em uma matriz de partículas planas e o método de preparação da amostra não consegue representar de forma fidedigna a matriz de rejeitos da amostra indeformada em campo | Chang (2011) |

3 Programa Experimental

Este capítulo apresenta o programa experimental utilizado para avaliar a microestrutura por diferentes métodos de reconstituição de amostras de um rejeito de minério de ferro filtrado, além dos aspectos metodológicos da pesquisa.

O programa em questão foi desenvolvido em três etapas principais, sendo a primeira etapa a caracterização físico-química e mineralógica do rejeito em estudo, a segunda etapa a reconstituição das amostras pelos métodos Moist tamping (MT), Slurry Deposition (SD) e Water Pluviation (WP) e a última etapa a avaliação microestrutural do rejeito obtido por esses métodos, considerando o processamento de imagens para avaliação dos macroporos.

Um resumo dos ensaios é apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Programa experimental.

| Etapa | Ensaio | Tipo de amostragem | Local de realização do ensaio |
|--|--|---------------------------|---|
| Avaliação preliminar | Descrição tátil Visual | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| Caracterização Física | Granulometria com sedimentação | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| | Granulometria a laser | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| | Densidade real dos grãos | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| Caracterização Química | pH do solo | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| | Análise total (Fluorescência de Raio-X /FRX) | Deformada | Departamento de Química - PUC Rio |
| Caracterização Mineralógica | Lupa Binocular | Deformada | LGMA-Puc Rio |
| | Difração de raios X (DRX) | Deformada | Departamento de Química e Materiais - PUC Rio |
| | Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) | Deformada | Departamento de Eng. Mecânica - PUC Rio |
| Técnicas de reconstituição de amostras | Deposição Slurry | Reconstituída | LGMA-Puc Rio (apoio externo Geomecânica S.A) |
| | Pluviação úmida | Reconstituída | LGMA-Puc Rio (apoio externo Geomecânica S.A) |
| | Moist tamping | Reconstituída | LGMA-Puc Rio |
| Caracterização microestrutural | Microtomografia computadorizada por raios X | Reconstituída | Laboratório de caracterização tecnológica - USP |

Durante o programa experimental, testou-se amostras reconstituídas para a realização dos ensaios de porosimetria por intrusão de mercúrio e também por intrusão de gás hélio. Não foi possível prosseguir com os ensaios devido as

limitações dos corpos de prova em estudo. Em todos os ensaios era necessário que o corpo de prova estivesse totalmente seco, condicionante que não poderia ser atendida uma vez que, após a reconstituição das amostras, o corpo de prova para análise microestrutural era imediatamente congelado com nitrogênio líquido. Na condição seca, a amostra poderia sofrer perturbação e/ou desagregar durante a execução dos ensaios devido às características do rejeito predominantemente arenoso (sem coesão).

Também foram realizados testes para o ensaio de MEV com amostras reconstituídas e secas por sublimação após o congelamento, porém, também não foi possível prosseguir com o ensaio devido a desagregação dos corpos de prova durante a aplicação de vácuo na etapa de preparação das amostras. Para que fosse possível a realização do ensaio, seria necessário a aplicação de resina nas amostras, de forma a manter a estrutura do corpo de prova. Tais testes não eram foco deste estudo, uma vez que a metodologia foi exclusivamente voltada para o uso de nitrogênio líquido para congelamento instantâneo das amostras.

Alguns resultados de ensaios realizados pela mineradora foram disponibilizados para a pesquisa, incluindo ensaio de compactação Proctor Normal. Através deste ensaio, utilizou-se o dado de teor de umidade ótimo do rejeito em questão para uso na técnica de reconstituição de amostras por MT.

Ao longo deste item são abordadas as metodologias de ensaio e de análise escopo do trabalho.

3.1

Caracterização física

A caracterização física tem como finalidade promover a determinação de propriedades índices do solo por meio de ensaios padronizados de engenharia. Toda a caracterização física do rejeito foi realizada no LGMA (Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente) da Puc-Rio.

Os ensaios de caracterização física são apresentados nos subtópicos a seguir, sendo eles: descrição tátil-visual (análise preliminar qualitativa), granulometria completa realizada por peneiramento e sedimentação e pelo granulômetro a laser, e massa específica dos grãos pelo método do picnômetro.

Foram consideradas para a caracterização física amostras deformadas, seguindo os procedimentos prescritos nas normas: ABNT (2018) NBR 7181 – Solo - Análise Granulométrica; ABNT (2017a) NBR 6508 – Massa específica dos grãos; ABNT (2022) NBR 6502 – Solos e Rochas – Terminologia.

Os limites de liquidez (LL) e de plasticidade (LP) não foram possíveis de se determinar, uma vez que o material se mostrou não plástico em todos os testes. Esses ensaios seguiram os procedimentos descritos na ABNT (1984) NBR 6459 - Determinação do limite de liquidez e ABNT (1984) NBR 7180 - Determinação do limite de plasticidade.

3.1.1

Descrição tátil-visual

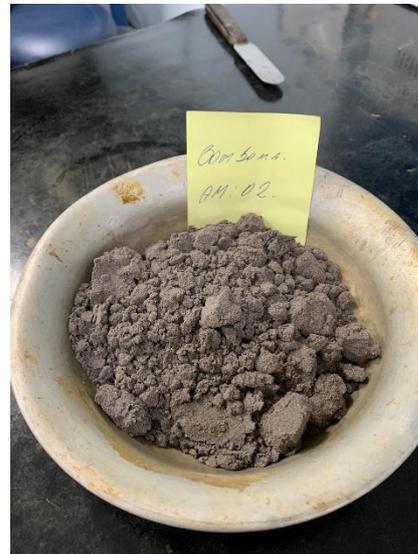
O material em estudo se trata de um rejeito de minério de ferro filtrado proveniente do processo de beneficiamento de uma mineradora localizada no Quadrilátero Ferrífero, no estado de Minas Gerais. As amostras foram retiradas de um aterro experimental, cuja finalidade futura é sua disposição para empilhamento a seco. A Figura 3.1 a seguir apresenta as características visuais

do material em estudo.

A avaliação tátil-visual é uma técnica qualitativa utilizada para identificar e caracterizar o solo com base em suas características físicas percebidas por meio dos sentidos do tato e da visão. Observou-se para amostra em questão, um material de coloração acinzentada, típica de rejeito de minério de ferro e com partículas perceptivelmente granulares ao toque. Não foram observadas raízes ou qualquer material orgânico na amostra.



(a) Avaliação tátil-visual do material na condição de campo.



(b) Aspecto de uma amostra após secagem em estufa.

Figura 3.1 - Características visuais do material objeto de estudo.

3.1.2

Massa específica dos grãos e G_s

A determinação da massa específica real dos grãos (ρ_s) seguiu o procedimento preconizado na ABNT (2017a) NBR 6508 - Massa específica dos grãos. O rejeito foi previamente seco em estufa a 110°C. Foi considerado o material passante na peneira #40 (abertura de 0,425 mm). Adicionalmente, realizou-se o ensaio considerando o rejeito retido na peneira #100 e retido e passante na peneira #200.

A partir do valor de massa específica real dos grãos, a densidade relativa dos grãos (G_s) foi calculada dividindo-se o valor encontrado pela massa específica da água.

3.1.3

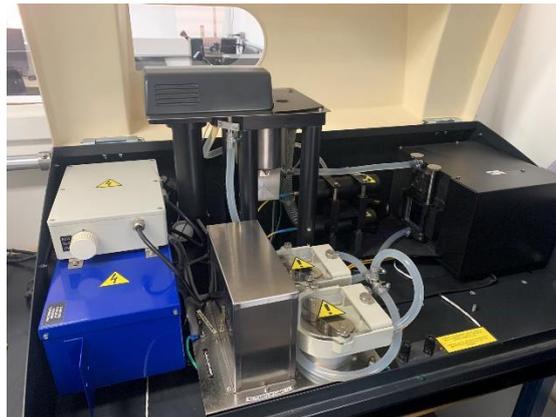
Análise granulométrica

Realizou-se a análise granulométrica por peneiramento e sedimentação seguindo as recomendações prescritas na ABNT (2018) NBR 7181 – Solo – Análise Granulométrica. A solução utilizada no ensaio de sedimentação foi o hexametáfosfato (H).

Adicionalmente, realizou-se o ensaio de granulometria a laser no LGMA com o equipamento da marca Anton Paar Brasil, número de série 3431CC425164-100, devidamente calibrado, conforme apresentado na Figura 3.2 a seguir.



(a) Vista externa do equipamento.



(b) Vista interna dos componentes do equipamento.

Figura 3.2 - Equipamento utilizado para realização do ensaio de granulometria a laser.

Para o ensaio de granulometria a laser, o material foi previamente seco em estufa a 60° por 24 horas e destorroado para a realização do ensaio.

3.2 Caracterização Mineralógica

A identificação mineralógica é feita com base nas características cristalográficas dos minerais. Esse tipo de caracterização pode fornecer informações acerca de composições mineralógicas e características texturais dos minerais presentes em uma amostra.

Para a caracterização mineralógica do rejeito em estudo, realizou-se os ensaios de Lupa Binocular, Difração de raios X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplada com o Espectrômetro Dispersivo em Energia (EDS), descritos nos subtópicos a seguir.

3.2.1 Lupa Binocular

O ensaio foi realizado no LGMA da Puc-Rio e buscou identificar minerais com diâmetros maiores que 0,074 mm. O procedimento de preparação das amostras consistiu em separar 15 g de material seco em estufa a 60° e previamente destorroado, passante na peneira #40 e retido na peneira #200. Para esse ensaio, foi utilizado o estereomicroscópio da marca Tecnival, conforme apresentado na Figura 3.3 a seguir. Para a visualização, utilizou-se a lente de aumento de 1,5x.

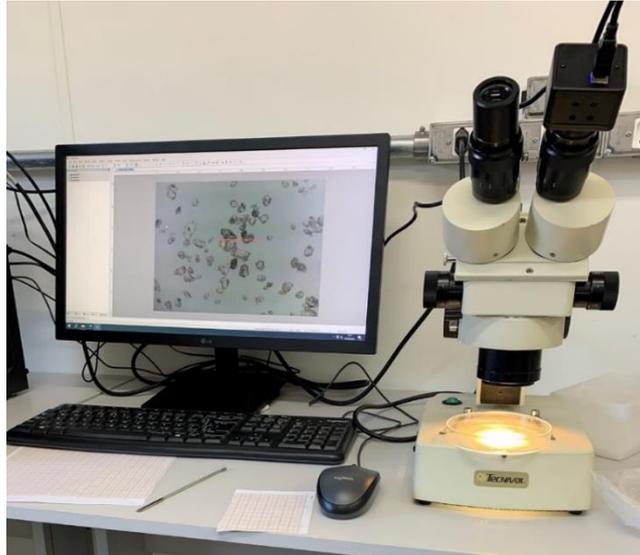


Figura 3.3 - Lupa Binocular - laboratório LGMA Puc-Rio.

3.2.2 Difração de raios X (DRX)

A difratometria de raios X, ou difração de raios X (DRX) procura identificar os minerais presentes em amostras através da análise das distâncias entre planos atômicos ou das posições angulares das células cristalinas. Essas células são constituídas por planos intimamente ligados ao raio atômico e aos tipos de ligação presentes em cada átomo. Essa técnica é essencial para compreender a composição e a estrutura cristalina dos materiais, explorando as relações entre os arranjos atômicos e as propriedades específicas dos minerais analisados.

O tubo de raios X consiste basicamente em um cilindro a vácuo contendo um anodo fixo ou giratório, um catodo e janelas de berílio para saída da radiação produzida. O esquema geral de um tubo de raios X é apresentado na Figura 3.4.

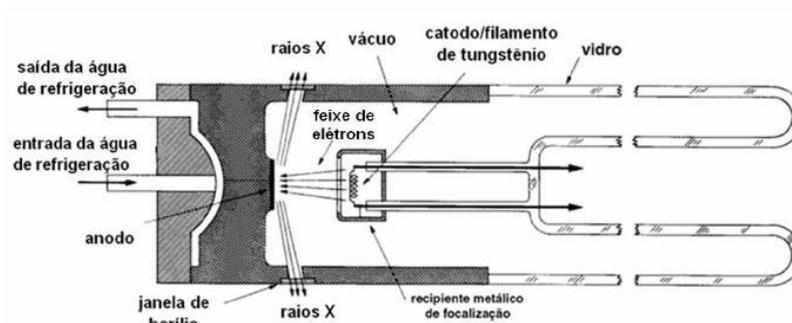


Figura 3.4 - Corte longitudinal de um tubo de raios X tradicional. Fonte: Silva (2013).

A técnica consiste na incidência de feixes de raios X sobre uma amostra posicionada no centro da região de leitura do equipamento. Logo após a incidência, o feixe de raio X se difrata e reflete em ângulos conforme características do retículo cristalino do mineral (BARRETO, 2021). Essas condições geométricas são apresentadas na Figura 3.5.

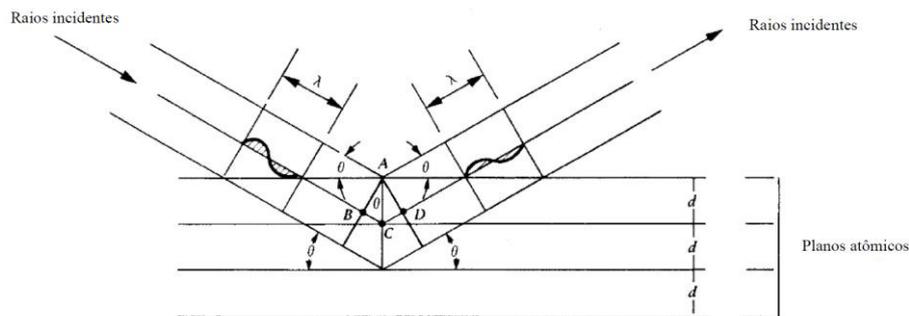


Figura 3.5 - Difração de raios X. Fonte: Adaptado de Mendes (2023).

As reflexões podem ser analisadas em gráficos chamados difratômetros de raios X, de intensidade (ou contagem) de pico de difração versus 2Θ . O cálculo de 2Θ segue a Lei de Bragg, e pode ser utilizado para cálculo das distâncias interplanares através da eq. 3-1. A Lei de Bragg deduz que o feixe incidente normal ao plano de difração produz um feixe difratado que é sempre coplanar e que o ângulo entre o feixe difratado e o transmitido é sempre duas vezes o ângulo incidente normal à superfície (CULLITY e STOCK, 2001).

$$n\lambda = 2d \sin\Theta \quad \text{eq. 3-1}$$

Onde:

n – ordem de reflexão = 1;

λ – comprimento de onda de raio X incidente = 0,1541 nm;

d – distância interplanar; e

Θ – metade do ângulo formado entre o raio incidente e o raio difratado.

A identificação das fases constituintes de uma amostra se dá pela comparação do difratograma gerado com um difratograma padrão de um banco de dados cristalográficos (por exemplo, ICDD - International Center for Diffraction Data). Esses bancos de dados fornecem a simetria do grupo espacial, posições atômicas, posições de ocupação e parâmetros de rede. Para o presente estudo, buscou-se outras referências na literatura para os picos principais dos minerais, uma vez que não foi possível ter acesso ao banco de dados supracitado. Dado o material de estudo (rejeito de minério de ferro filtrado), buscou-se analisar frações de areia, silte e argila.

Foi realizada a análise do material passante na peneira #40 (destorroadado e seco em estufa a 60^o) através do método do pó, utilizando-se de pequenos frascos para seu armazenamento e transporte. Para as frações mais finas, foi utilizado o material passante na peneira #200 (também destorroadado e seco em estufa a 60^o), por meio da técnica de lâmina orientada.

O ensaio foi realizado no laboratório do Departamento de Engenharia Química e de Materiais (DEQM) da Puc-Rio. Foi utilizado o equipamento D8 Discover da Bruker, detector Lynxeye, equipado com tubo de cobre e filtro de níquel. As análises foram realizadas em um intervalo de varredura de 13^o a 93^o, com incremento de 0,02^o a cada segundo.

3.2.3

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com espectroscopia de energia dispersiva (EDS)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um ensaio utilizado para análise de microestruturas de materiais sólidos através de projeção de feixe de elétrons de alta energia na superfície da amostra. Quando o ensaio é utilizado em paralelo com detectores de espectroscopia de energia dispersiva de Raio-X (EDS), também é possível se realizar análise química superficial de componentes de interesse. O EDS utiliza o espectro de raios X característicos para cada elemento para se obter uma análise química localizada, identificando os elementos que estão presentes na região de análise.

As imagens são normalmente geradas por elétrons secundários que resultam em interações inelásticas e fornecem maior resolução, com impressão tridimensional e fácil interpretação (MENDES, 2023). A grande vantagem do MEV em relação ao microscópio óptico é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm (20 a 50 Angstroms), podendo gerar imagens de alta magnificação e resolução, o que permite fácil visualização de bordas e contornos dos grãos (STEFANAKI, 2008).

A Figura 3.6 apresenta os equipamentos utilizados no ensaio.



(a) Evacuadora para preparação das amostras.



(b) MEV – Visualização das imagens.

Figura 3.6 - Equipamentos utilizados no ensaio.

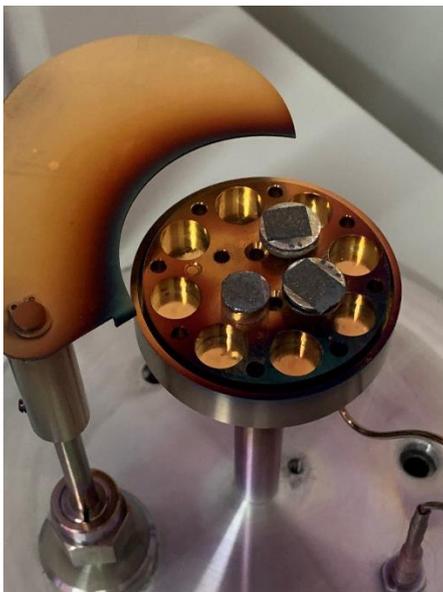
Este ensaio foi realizado no laboratório do grupo de Reologia do departamento de Engenharia Mecânica da Puc-Rio. Para preparação das amostras, foi utilizada uma evacuadora da marca Denton Vacuum, modelo Desk V. A visualização e processamento das imagens foi realizada por um microscópio moderno de alta resolução da Marca Tescan Clara. Ele é equipado com os sistemas de preparação criogênica (modelo PP3010T da fabricante Quórum), avançado EBSD (modelo C-NANO da fabricante Oxford) e EDS (modelo X-MAX 80 da fabricante Oxford).

As amostras foram preparadas conforme apresentado na Figura 3.7 (a). Realizou-se inicialmente testes com amostras reconstituídas pelos métodos alvos do presente trabalho, porém, com a aplicação de vácuo, as amostras desagregavam e perdiam sua estrutura inicial. Assim, foi necessário prosseguir com o ensaio utilizando-se amostras deformadas.

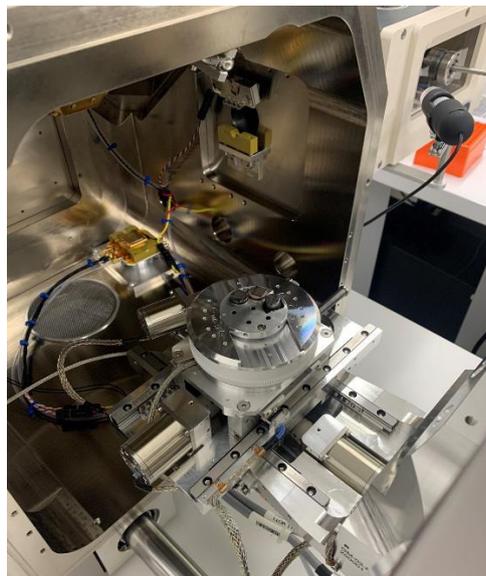
A preparação das amostras deformadas seguiu o seguinte procedimento: separou-se 10g de rejeito filtrado seco em estufa a 60° por 24h. Preparou-se três corpos de prova colocando-se as amostras sobre uma fita adesiva de carbono em um pino metálico e levados a evacuadora com baixo vácuo (30 amperes) para

metalização das suas superfícies com carbono. Esse processo possui a finalidade de aumentar a condutividade das amostras para uma melhor qualidade da visualização das imagens em alta resolução.

Após a preparação, as amostras foram colocadas dentro de uma câmara com baixo vácuo da Marca Tescan Clara para visualização das imagens (Figura 3.7 b). Com os resultados deste ensaio foi possível se obter uma superfície de alta resolução identificando o tamanho, tipo e forma de partículas elementares e dos conjuntos de partículas. Para o ensaio, foram realizadas ampliações das imagens com 1 mm, 50 μm , 100 μm , 200 μm e 500 μm .



(a) Preparação das amostras pelo método do pó – cobertura com carbono.



(b) Amostras colocadas no equipamento para realização do ensaio.

Figura 3.7 - Amostras ensaiadas - método do pó.

O equipamento é acoplado com detector EDS da Thermo Scientific, no qual também foi possível se obter uma composição química preliminar dos componentes das amostras realizando microanálises qualitativas e quantitativas por pontos, áreas e mapeamento composicional.

3.3 Caracterização química

A análise química possui a finalidade de determinar a composição do material, fornecendo seu teor de elementos constituintes e principais tipos de óxidos presentes (MENDES, 2023).

Para o estudo, foi realizado o ensaio de análise química total pelo método de Fluorescência de Raio-X (FRX), executado no Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio).

Também foi realizado o ensaio de aferição do pH do solo, através do pHmetro OMEGA. Este ensaio foi realizado no LGMA da PUC-Rio, seguindo o procedimento prescrito no Manual da Embrapa de 2017 – Manual de Métodos de Análise de Solo.

3.3.1

Análise química total por Fluorescência de Raio-X (FRX)

A técnica de fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda envolve a emissão de feixes de raios X em uma amostra, produzindo radiações fluorescentes únicas para cada elemento químico presente (BARRETO, 2015). Posteriormente, tais radiações são difratadas por um cristal (Lei de Bragg), detectadas por sensor específico.

O ensaio foi realizado no Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), utilizando o espectrômetro de fluorescência de Raio-X por energia dispersiva, modelo EDX-7000.

Para este ensaio, preparou-se 10g de cada material passante na peneira #200 (0,075 mm de abertura), destorroado e seco em estufa (60^o). O objetivo foi identificar os elementos químicos constituintes da fração fina do solo.

3.3.2

Medida de pH do rejeito

O ensaio foi realizado seguindo as orientações do Manual da Embrapa (2017), de forma a se obter resultados acerca de seu extrato de saturação. O ensaio possui como princípio a aferição do potencial hidrogênico por meio de eletrodo combinado imerso em suspensão, em uma proporção de solo-água de 1:2,5.

O ensaio foi realizado da seguinte forma: Pesou-se 10 g de rejeito seco em estufa e adicionou-se 25 ml de água destilada em um tubo falcon de 50 ml. Em seguida, a mistura foi agitada por 60 segundos e deixada em repouso por 1h, conforme pode ser observado na Figura 3.8. Após o período de repouso da amostra, agitou-se ligeiramente cada amostra manualmente, mergulhou-se o pHmetro no líquido em suspensão e procedeu-se com a leitura do pH.

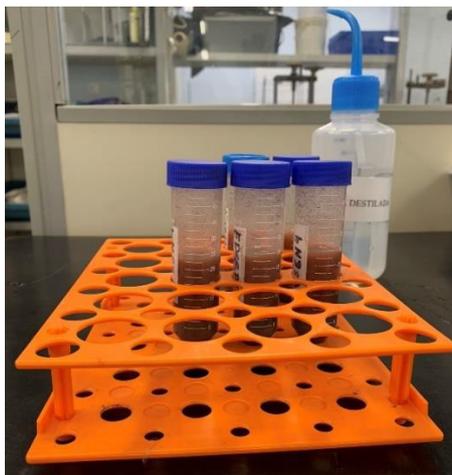


Figura 3.8 - Amostras em repouso para leitura com pHmetro.

3.4 Reconstituição de amostras

Os corpos de prova reconstituídos para a avaliação microestrutural foram preparados por três métodos, sendo eles: compactação com soquete – Moist Tamping (MT), deposição de lama – Slurry Deposition (SD) e Pluviação Úmida – Water Pluviation (WP).

A preparação das amostras reconstituídas foi realizada no LGMA da Puc-Rio com apoio técnico da Geomecânica S.A. Os procedimentos utilizados e outras informações são descritas a seguir.

3.4.1 Determinação do índice de vazios

O primeiro passo para reconstituição das amostras foi a determinação do índice de vazios máximo e mínimo do rejeito em estudo. Essa determinação foi realizada de acordo com a ABNT (2020) NBR 16843 - Solo - Determinação do índice de vazios mínimo de solos não coesivos e ABNT (1990) NBR 12004 - Determinação do índice de vazios máximo de solos não coesivos. O ensaio foi realizado no LGMA da Puc-Rio.

A partir dessa determinação, os corpos de prova para cada método foram reconstituídos considerando três intervalos de índice de vazios. Esse intervalo buscou uma relação de densidade relativa (D_r) que fosse trabalhável para o rejeito em estudo considerando o solo na condição fofa, medianamente compacta e compacta.

3.4.2 Corpos de prova preparados por MT

Inicialmente realizou-se a reconstituição das amostras de rejeito pela técnica de compactação com soquete (MT) seguindo os procedimentos desenvolvidos por Castro (1969) e Casagrande (1979). O dado de umidade ótima do rejeito em questão foi disponibilizado pela mineradora. Essa técnica é atualmente a mais convencional e utilizada no meio técnico e científico. Os materiais e equipamentos utilizados são apresentados na Figura 3.9, sendo eles:

- cilindro tripartido nas dimensões $\varnothing 38,1$ mm x 7,78 mm (interno) com duas abraçadeiras;
- base;
- soquete;
- paquímetro digital;
- um disco de pedra porosa; e
- extrator.

A reconstituição foi realizada considerando a umidade ótima do material. Desta forma, não foi necessário utilizar membrana de látex e *o-rings*. O disco de pedra porosa foi utilizado apenas na base para ajudar a preservar a amostra no momento da extração do molde em acrílico para a realização da análise microestrutural. A balança de massa utilizada para pesagem da amostra retirada para análise microestrutural e também para confirmação do teor de umidade é da marca AdventurerTM, carga máxima 2kg, divisão de 0,01g, precisão de 0,1 g.



Figura 3.9 - Materiais utilizados para reconstituição de amostras pelo método de Moist tamping (MT).

O processo consistiu na mistura do rejeito seco em estufa a 60° e previamente destorroado na peneira #4,8 mm com água destilada no teor de umidade ótimo (disponibilizado pela mineradora, sendo $w_{ot} = 12,72\%$). Durante a compactação do material para elaboração do corpo de prova, foram utilizadas 3 camadas contendo a mesma quantidade da mistura de água e rejeito (compacidade relativa), em alturas igualmente controladas com paquímetro. Foi realizada escarificação após a compactação de cada camada para garantia da aderência entre as mesmas.

Os detalhes do processo são apresentados na Figura 3.10 a seguir.



(a) Mistura e homogeneização do material com água destilada.



(b) Processo de compactação com soquete.



(c) Amostra reconstituída.



(d) Aspecto uniforme do corpo de prova após finalização do ensaio.

Figura 3.10 - Processo de reconstituição de amostras – Método MT.

3.4.3 Corpos de prova preparados pelo método SD

A técnica de reconstituição de amostras por esse método seguiu as orientações sugeridas por Carraro e Prezzi (2007) e adaptadas segundo a metodologia desenvolvida no laboratório da Geomecânica S.A.

Os materiais utilizados para execução do ensaio são apresentados na Figura 3.11. A metodologia desenvolvida pela Geomecânica S.A permite que o corpo de prova seja preparado para execução direta de ensaios triaxiais (Figura 3.11 (a)). Uma vez que a finalidade do presente estudo é a análise microestrutural por diferentes técnicas de reconstituição de amostras, alguns componentes do aparato utilizado pela Geomecânica S.A não foram necessários de serem utilizados, conforme apresentado na Figura 3.11 (b).

Estes materiais e equipamentos utilizados na pesquisa contemplam:

- cilindro bipartido nas dimensões \varnothing 49,5 mm x 96,6 mm (interno) com duas abraçadeiras;
- membrana de látex;
- aparato de acrílico contendo base coletora com aba circular, tubo e tampa;
- 2 *o-rings*;
- base;
- funil de PVC (em vermelho na foto) para colocação do rejeito no aparato;
- paquímetro digital; e
- balança de massa da marca Adventurer TM, carga máxima 2kg, divisão de 0,01g, precisão de 0,1 g.



(a) Adaptável para ensaio triaxial. Foto fornecida pela Geomecânica S.A.



(b) Adaptável para avaliação microestrutural, foco do presente trabalho.

Figura 3.11 - Materiais e componentes utilizados para o ensaio - Método SD.

Uma das dificuldades apresentadas nos trabalhos de Abreu (2016) e Carraro e Prezzi (2007) foi o posicionamento correto do papel filtro e pedra porosa durante o processo de homogeneização. Uma vez que a finalidade da pesquisa é a extração de amostras para a análise microestrutural, o uso desses materiais não são relevantes, uma vez que a base utilizada foi adaptada para não haver carreamento de finos e vazamento da mistura.

O processo consistiu na preparação do molde conforme apresentado na Figura 3.12 (a). Em seguida, colocou-se o rejeito seco em estufa a 60° e previamente destorroado na peneira #4,8 mm dentro do aparato (Figura 3.12 (b)). Posteriormente, colocou-se 140 ml de água destilada preenchendo o molde. O volume de água foi definido pela Geomecânica S.A após testes realizados com um material similar ao adotado na presente pesquisa. Fechou-se a tampa em acrílico e prosseguiu-se com a homogeneização do corpo de prova por 5 minutos (Figura 3.12 (c)). Lavou-se as paredes do tubo em acrílico e aguardou-se 10 minutos para o processo de decantação (Figura 3.12 (d)). Depois de decantado e adensado por peso próprio, a coluna de material formada dentro do molde é preparada para se obter o corpo de prova de ensaio. Após passado o tempo de decantação, prosseguiu-se com a remoção do acrílico e retirada de parte da massa para confirmação do teor de umidade ((Figura 3.12 (e) e (f), respectivamente).



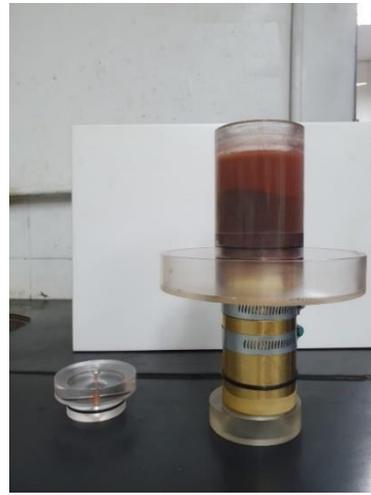
(a) Preparação do molde para realização do ensaio.



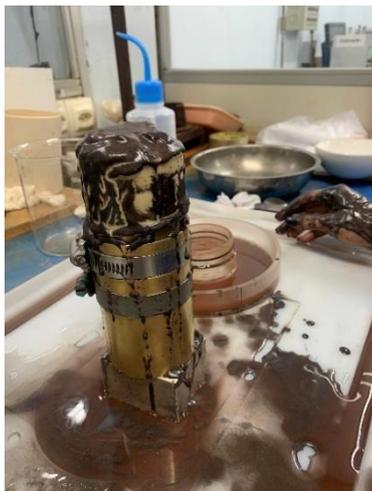
(b) Colocação do rejeito seco após instalação do aparato em acrílico.



(c) Homogeneização do material.



(d) Mistura em repouso para decantação.



(e) Condição do corpo de prova após remoção do aparato em acrílico.



(f) Confirmação do teor de umidade.

Figura 3.12 - Processo de reconstituição de amostras – Método SD.

3.4.4 Corpos de prova preparados pelo método WP

A técnica de reconstituição de amostras por esse método seguiu as orientações sugeridas por Vaid & Negussey (1988) e adaptadas segundo a metodologia desenvolvida no laboratório da Geomecânica S.A.

Realizou-se alguns testes com a metodologia pluviação úmida modificada, que basicamente modifica algumas fases do processo da pluviação úmida convencional para separação dos materiais finos e grossos, garantindo que não haja segregação das partículas. Após os testes, optou-se por não adotar o método, uma vez que a porcentagem de finos na amostra não é representativa do material. Avaliou-se também a possibilidade de se realizar o ensaio de pluviação a seco, porém o transporte da amostra para análise microestrutural poderia causar perturbação na amostra, inviabilizando sua aplicação.

Os materiais utilizados para execução do ensaio são apresentados na Figura 3.13. De forma análoga ao método SD, os aparatos da técnica de WP permitem que o corpo de prova seja preparado para execução direta de ensaios triaxiais e alguns materiais utilizados nesse processo foram dispensados devido à finalidade de análise microestrutural.

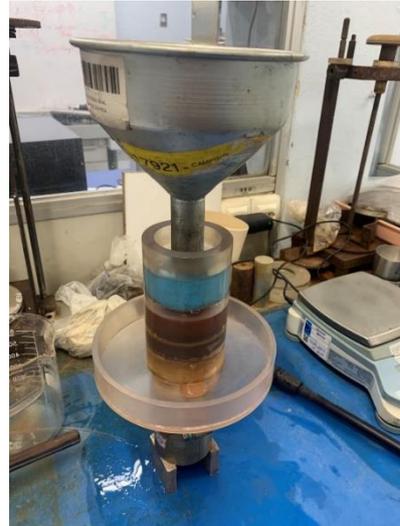
A base do aparato utilizada foi a mesma do método SD, considerando apenas a instalação de um funil no topo para que o processo de pluviação ocorresse. A listagem de materiais e componentes contempla:

- cilindro bipartido nas dimensões \varnothing 49,5 mm x 96,6 mm (interno) com duas abraçadeiras;
- membrana de látex;
- aparato de acrílico contendo base coletora com aba circular e tubo;
- funil de alumínio com vedação de borracha (em azul na foto);
- tampão de plástico com base adaptada com fita adesiva para encaixe na boca do funil;
- 2 *o-rings*;
- base;
- paquímetro digital; e
- balança de massa da marca AdventurerTM, carga máxima 2kg, divisão de 0,01g, precisão de 0,1 g.

Durante a execução do ensaio, optou-se por acrescentar um disco de papel filtro no fundo do molde bipartido para evitar carreamento de finos para a base do aparato.



(a) Vista de cima com o tampão utilizado no processo.



(b) Vista lateral do ensaio em execução.

Figura 3.13 - Materiais e componentes utilizados para o ensaio - Método Pluviação Úmida.

O processo consistiu na preparação do molde seguindo os procedimentos do método anterior (SD), com modificação apenas na etapa final, onde foi instalado o funil com vedação em borracha, conforme apresentado acima. Inicialmente realizou-se a mistura do rejeito seco em estufa a 60° e previamente destorroadado na peneira #4,8 mm com 250 ml de água destilada em um béquer (Figura 3.14 (a)). O volume de água foi definido pela Geomecânica S.A após testes realizados com um material similar ao adotado na presente pesquisa. Em seguida, colocou-se a água da mistura com material sobrenadante dentro do aparato (Figura 3.14 (b)). Após, o tampão foi instalado para deposição dos sólidos dentro do funil (Figura 3.14 (c)). Logo após, removeu-se o tampão e deixou-se a mistura decantar por 10 minutos.

Após esse período, os sólidos sedimentaram por gravidade e a água da mistura ficou armazenada na parte superior do aparato. O processo seguiu com a colocação do tampão e retirada do funil (Figura 3.14 (d)). Foi utilizada água destilada para limpeza das paredes do funil e garantia da sedimentação de toda a porção sólida da amostra. Por fim, removeu-se o aparato em acrílico e rasou-se o excesso de material no topo do molde para conferência do teor de umidade. O aspecto final do corpo de prova é apresentado na Figura 3.15.



(a) Mistura do rejeito com água destilada para homogeneização.



(b) Inserção do excesso de água no aparato previamente preparado para o ensaio.



(c) Instalação do tampão e colocação da mistura.



(d) Processo de sedimentação com água e sobrenadante no topo do funil.

Figura 3.14 - Processo de reconstituição de amostras – Método Pluviação Úmida.



Figura 3.15 - Condição final do corpo de prova para extração de amostras para análise microestrutural – Método de WP.

3.5 Caracterização Microestrutural

Após a reconstituição das amostras pelos métodos apresentados neste trabalho em diferentes condições de índice de vazios inicial, foram realizados ensaios de caracterização microestrutural para cada corpo de prova. Para essa análise, foram realizados ensaios de microtomografia computadorizada de raios X (MCT). Ao longo do presente capítulo o ensaio é melhor detalhado, assim como a metodologia para preparação das amostras.

3.5.1 Preparação das amostras para análise microestrutural

As amostras para análise da microestrutura foram extraídas a partir dos métodos de reconstituição foco deste trabalho, previamente congeladas com

nitrogênio, conforme descrito no subtópico 3.5.1.3. O recipiente foi fabricado em acrílico em formato cilíndrico nas dimensões médias de 11 mm de diâmetro por 15 mm de comprimento, conforme apresentado na Figura 3.16. As dimensões limites, material de confecção e formato do acrílico foram definidas com base em restrições do equipamento de microtomografia computadorizada. Buscou-se também representatividade do ensaio, uma vez que alturas e diâmetros muito pequenos poderiam não ser representativas do método e também poderiam causar perturbação do rejeito no contato com as paredes do acrílico devido ao fenômeno de arqueamento de tensões. Em contrapartida, dimensões maiores poderiam reduzir a resolução das imagens durante a aquisição dos dados, uma vez que o feixe de raios X do microtomógrafo teria uma distância maior para percorrer durante o escaneamento.



Figura 3.16 - Geometria do invólucro das amostras para análise microestrutural.

A extração das amostras através dos moldes reconstituídos foi testada de duas maneiras diferentes, chamadas métodos A e B, que serão descritos com maiores detalhes nos tópicos a seguir. Após os testes, verificou-se que o método A causava muita perturbação na amostra, o que poderia implicar em alterações nos resultados da análise microestrutural. Desta forma, definiu-se após os testes, que o método B preservava melhor as condições do corpo de prova e foi o método considerando para a realização do ensaio de microtomografia computadorizada.

3.5.1.1 Técnica de extração de amostras A

Após a reconstituição das amostras pelas técnicas apresentadas anteriormente, testou-se inicialmente o método A para extração de amostras para realização de análise microestrutural. O método consistiu na cravação direta do acrílico no topo do corpo de prova reconstituído com uma régua em aço. Em todos os testes, afrouxou-se as abraçadeiras para reduzir a tensão durante a cravação. Figura 3.17 e a Figura 3.18 apresentam a execução do método e o aspecto do corpo de prova após o processo.



(a) Cravação do acrílico sobre o corpo de prova reconstituído pela técnica de MT – Método A.



(b) Aspecto do corpo de prova após o processo de cravação.

Figura 3.17 - Preparação de amostras pelo método A – MT.



(a) Cravação do acrílico sobre o corpo de prova reconstituído pelas técnicas SD e WP – Método A.



(b) Aspecto do corpo de prova após o processo de cravação.

Figura 3.18 - Preparação de amostras pelo método A – SD e WP.

Conforme informado, o método causou perturbação na amostra e foi descartado para análise microestrutural.

3.5.1.2 Técnica de extração de amostras B

Buscando reduzir ao máximo a perturbação do corpo de prova durante a extração das amostras, foi desenvolvido no laboratório LGMA da Puc-Rio, um apetrecho que fosse facilmente instalado dentro do molde utilizado para as técnicas de reconstituição de amostra – SD e WP.

O apetrecho foi fabricado em PVC, com as arestas arredondadas de forma a deslizar facilmente dentro da membrana sem causar perfurações, com dimensões adequadas para manter-se fixo na região central do molde durante a realização do ensaio. Na região central do apetrecho, foi feito um furo para posicionamento do acrílico. Para a remoção do acrílico com a amostra, foi utilizado um mini extrator. A Figura 3.19 apresenta o apetrecho e demais componentes do

Método B e a Figura 3.20 (b) os componentes localizados na região central do corpo de prova.

Para a reconstituição utilizando a técnica MT, optou-se apenas por posicionar o acrílico na região central do corpo de prova, antes do lançamento e compactação da segunda camada, conforme apresentado na Figura 3.20 (a).

Após a reconstituição pelos métodos alvo do presente estudo, utilizou-se um estilete para desbastar o material e retirar a amostra para congelamento instantâneo com nitrogênio, conforme processo apresentado na Figura 3.21.



Figura 3.19 - Aparelho utilizado para extração de amostras – Método B.



(a) Acrílico posicionado na região central do corpo de prova – Uso na técnica de MT.



(b) Aparelho com acrílico posicionado na região central do corpo de prova – Uso nas técnicas SD e WP.

Figura 3.20 - Miniamostras retiradas da região central do corpo de prova - Método B.



(a) Técnica MT.



(b) Técnica SD e WP (antes do uso do mini extrator).

Figura 3.21 - Amostra desbastada para análise microestrutural.

3.5.1.3

Congelamento das amostras com nitrogênio líquido

Os equipamentos disponíveis no mercado atualmente possuem algumas limitações quanto a leituras em amostras muito saturadas (BARRETO, 2021). Devido à necessidade em se visualizar a estrutura do rejeito com o mínimo de perturbação possível, é necessário realizar congelamento para preparação das amostras para a análise microestrutural. Esta técnica consiste em congelar instantaneamente o material submergindo-o em nitrogênio líquido (temperatura de -170°C). Diferente do congelamento convencional, essa técnica não promove a expansão volumétrica que poderia alterar significativamente a estrutura interna do solo ou rejeito.

O método também foi estudado por Nacci e D'Andrea (1975), que congelou cuidadosamente amostras de silte natural após despejá-las em um molde e aplicar uma pequena carga. Isso permitiu que a amostra congelada fosse configurada dentro de uma célula triaxial e apoiada pelas células de pressão antes do descongelamento. Esta técnica foi adotada especificamente para evitar a densificação da amostra através da manipulação quando em estado de pasta saturada e solta.

Os materiais utilizados para congelamento das amostras foram:

- fio de aço com base de suporte para a amostra;
- pinça;
- nitrogênio líquido armazenado em um botijão próprio;
- frasco de manipulação para congelamento da amostra;
- luva criogênica;
- óculos de segurança.

Mais detalhes do processo utilizado para o presente estudo são apresentadas na Figura 3.22.



(a) Botijão e frasco de manipulação de nitrogênio com tampa em isopor.



(b) Processo de despejo de nitrogênio líquido no frasco de manipulação.



(c) Aparato utilizado para inserção da amostra dentro do frasco de manipulação.



(d) Amostras congelada após retirada do frasco de manipulação.

Figura 3.22 - Técnica de congelamento da amostra com nitrogênio líquido.

Também foram realizados testes com a técnica de liofilização (freeze-drying), que consiste em se secar a amostra colocando-a dentro de um dissecador por meio da aplicação de vácuo por no mínimo 6 horas, de modo que ocorra a sublimação (ou seja, a passagem da água do estado sólido para o gasoso), com o objetivo de preservar a estrutura do solo. O teste foi realizado com a finalidade de se obter amostras reconstituídas para os ensaios de MEV e Porosimetria por intrusão de gás e mercúrio, porém, devido às características do material (muito arenoso e com coesão nula) e às limitações dos equipamentos, não foi possível prosseguir com os ensaios.

A técnica de congelamento com nitrogênio foi bem sucedida e adotada apenas com a finalidade de uso para o ensaio de Microtomografia computadorizada no laboratório LCT (Laboratório de Caracterização Tecnológica), do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Para o transporte das amostras do LGMA da Puc-Rio para a USP foi utilizada caixa de isopor com 5 quilos de gelo seco, conforme apresentado na Figura 3.23, que mostra o aspecto das amostras instantes antes do início da execução do ensaio de microestrutura, devidamente preservadas. As amostras ficaram em gelo seco por aproximadamente 24 horas

até o início do ensaio.

Para evitar movimentação das amostras durante o transporte, colocou-se tampas de vedação na base e topo das amostras dentro do tubo em acrílico, envoltas por fita adesiva.



Figura 3.23 - Isopor com gelo seco para transporte das amostras.

3.5.2

Microtomografia computadorizada de raios X (MCT)

A microtomografia computadorizada de raios X é uma técnica de imageamento radiográfico que busca caracterizar a microestrutura interna de um material em três dimensões em uma resolução espacial de nível micrométrico (BARRETO, 2021). Essa técnica possibilita uma melhor visualização do comportamento e alterações da estrutura do solo como forma, tamanho e distribuição dos poros, os quais auxiliam na compreensão de muitos fenômenos na área de ciência do solo (PASSONI, 2013).

O sistema tomográfico é constituído basicamente por uma fonte de radiação, amostra, conjunto de detectores de radiação e um moderno sistema computacional. O tempo de aquisição dos dados para formação da imagem pode variar de acordo com o tamanho da amostra, da precisão e resolução desejada (PASSONI, 2013).

O ensaio consiste na emissão de feixes uniformes de Raio-X em posição fixa diretamente sobre a amostra com geometria cônica sobre uma base giratória. Parte da energia é absorvida pela amostra e parte atravessa o objeto de acordo com a densidade do material. À medida em que a base de suporte do equipamento gira, é possível se obter múltiplas radiografias capturadas em diferentes ângulos.

Segundo Passoni (2013), a técnica é direta e não invasiva, ou seja, não destrutura a amostra deixando-a intacta ao final do processo de aquisição, e permite caracterizar e entender melhor a configuração espacial em 3D dos componentes estruturais do solo, sejam eles pertencentes à fase sólida (minerais e não minerais) e/ou gasosa (poros).

O ensaio foi realizado no LCT (Laboratório de Caracterização Tecnológica), do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Utilizou-se o microtomógrafo de Raio-X da marca

ZEISS modelo Xradia Versa XRM-510, conforme apresentado na Figura 3.24 a seguir.



Figura 3.24 - Microtomógrafo de Raio-X do LCT da USP.

O procedimento é dividido em aquisição (sistema fonte-detector), pré-processamento (reconstrução matemática, filtros e segmentação) e processamento (análise quantitativa das propriedades de interesse).

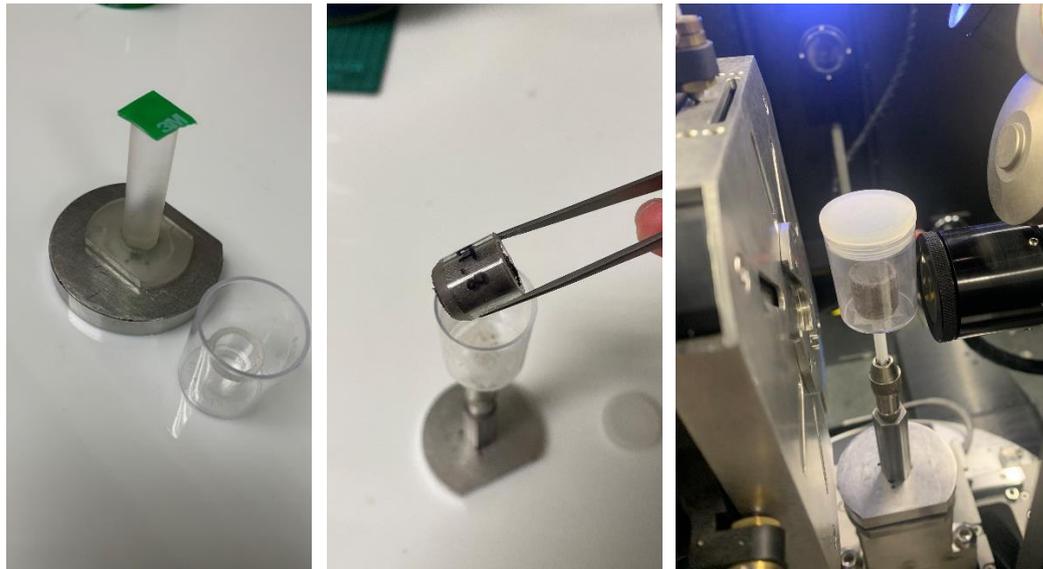
As amostras foram posicionadas de modo que os feixes de Raio-X ficassem perpendiculares ao eixo do suporte da amostra e as mesmas foram rotacionadas com incrementos angulares de $0,225^\circ$ e 1600 projeções, totalizando rotação de 360° .

A partir das projeções verticais adquiridas com a rotação 360° da amostra, o software do equipamento gera uma pilha de imagens seccionadas em escala de cinza brutas 2-D (fatias) na horizontal, formando um objeto digital tridimensional. A dimensão do voxel da imagem (isto é, do elemento de pixel volumétrico) em microtomografia é referida como resolução tomográfica e está em escala micrométrica (BARRETO, 2021).

3.5.2.1

Preparação das amostras

As amostras foram acomodadas em um porta-amostra compatível com suas dimensões, prendendo-se a base com fita adesiva. O porta-amostra foi totalmente vedado para que não ocorresse nenhum tipo de vazamento no sistema durante a aquisição, uma vez que a amostra se encontrava inicialmente congelada e a água presente poderia passar do estado sólido para o líquido com o passar do tempo. A Figura 3.25 (a) mostra o porta-amostra adaptado para o ensaio com fita adesiva, a Figura 3.25 (b) a colocação da amostra dentro do porta-amostra com pinça e Figura 3.25 (c) a amostra devidamente acomodada dentro do equipamento para a realização do ensaio.



(a) suporte do porta-amostra.

(b) colocação da amostra no porta-amostra.

(c) amostra preparada para ensaio dentro do equipamento.

Figura 3.25 - Preparação da amostra para execução do ensaio de microtomografia computadorizada.

Prosseguiu-se com o ensaio posicionando uma amostra por vez no interior do microtomógrafo para aquisição das imagens. Cabe destacar que o plano vertical da amostra foi posicionado considerando o eixo z (vertical) do equipamento. Ao final do processo, observou-se que a amostra iniciou o processo de descongelamento, porém sem perda de sua estrutura, não afetando a aquisição das imagens.

3.5.2.2

Seleção da resolução, parâmetros de digitalização e reconstrução

A resolução tomográfica é obtida através da relação entre a distância da fonte, distância do detector, escolha da lente de aumento e razão BIN (binning), representado pela seguinte equação.

$$R = \frac{S}{S+D} F \quad \text{eq. 3-2}$$

Onde:

R – resolução tomográfica;

S – distância da fonte;

D – distância do detector;

F – parâmetro que leva em conta o detector, lente e razão BIN, sendo 68,926 μm para BIN 2 e $F = 3,3684 \mu\text{m}$ para BIN 1 (lente de 4x).

A porção da amostra iluminada pela fonte e projetada no detector é chamada campo de visão. Movendo-se a fonte para perto da amostra e o detector para longe, diminui-se o campo de visão, mas aumenta-se a qualidade e o nível de detalhe da imagem (BARRETO, 2021). A informações desses componentes são apresentadas na Figura 3.26. O equipamento fornece 4 opções de lentes de aumento, sendo ampliação de 0,4x, 4x, 20x e 40x.

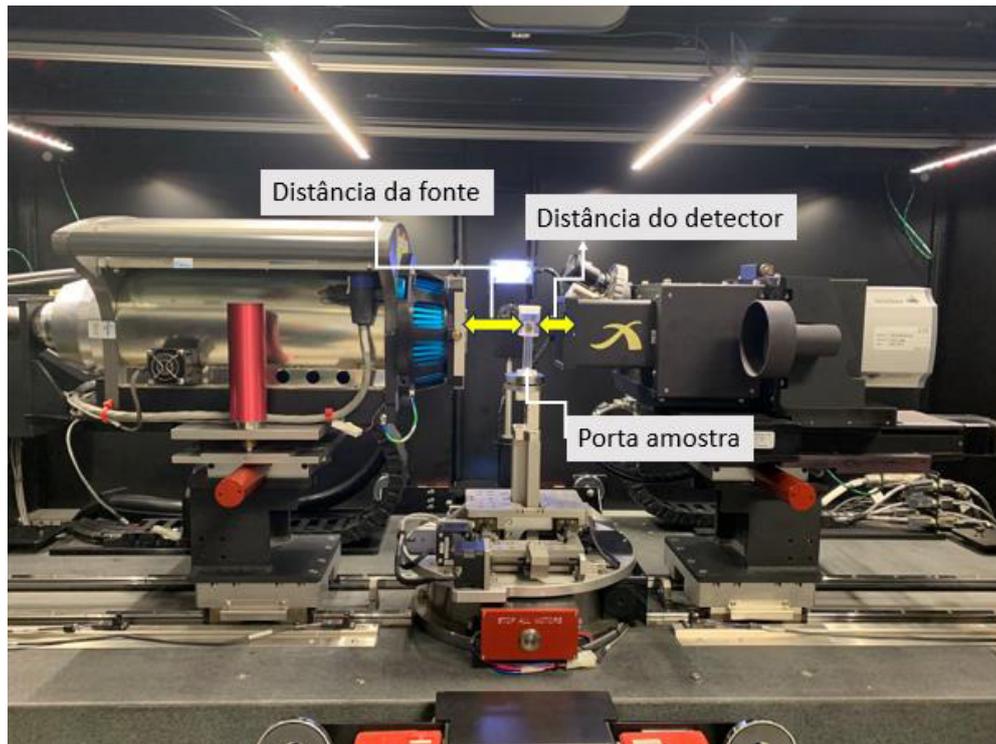


Figura 3.26 - Informações gerais para cálculo da resolução.

O Pixel size, ou tamanho do voxel é determinado pela largura do feixe e pelo passo linear que o suporte das amostras realiza para obter uma varredura completa na região de interesse. O tamanho do voxel é obtido pelo tamanho do pixel no receptor de imagem. O binning é o processo de se combinar um conjunto de pixels em um pixel. Para razão BIN 1, os pixels não são combinados e atribui-se esse valor a um único pixel, gerando-se imagens de tamanho 1024x1024x1024 pixels. Com razão BIN de 2, calcula-se a média de 4 pixels (matriz 2x2) gerando-se imagens de tamanho 2048x2048x2048 pixels.

Foram analisadas no total 9 amostras congeladas e reconstituídas pelos métodos MT, SD e WP, com variação de índice de vazios de 0,7; 0,75 e 0,8 em cada método. As amostras foram codificadas conforme apresentado na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Identificação das amostras.

| Identificação interna | Identificação LCT | Observação |
|-----------------------|-------------------|---------------------------|
| MCT.7 | 7623/2023 | Moist Tamping e= 0,7 |
| MCT.75 | 7624/2023 | Moist Tamping e= 0,75 |
| MCT.8 | 7625/2023 | Moist Tamping e= 0,8 |
| SCT.7 | 7626/2023 | Slurry Deposition e= 0,7 |
| SCT.75 | 7627/2023 | Slurry Deposition e= 0,75 |
| SCT.8 | 7628/2023 | Slurry Deposition e= 0,8 |
| PCT.7 | 7629/2023 | Water Pluviation e = 0,7 |
| PCT.75 | 7630/2023 | Water Pluviation e = 0,75 |
| PCT.8 | 7631/2023 | Water Pluviation e = 0,8 |

A priori, foram realizados testes para definição do tempo de execução de cada ensaio versus resolução das imagens, buscando o melhor custo benefício possível. Um ponto importante levado em consideração foi o tempo de exposição da amostra congelada em contato com o Raio-X, que provoca aquecimento e conseqüente derretimento e mudança na estrutura da amostra, o que poderia desconfigurar as imagens geradas durante o processo de aquisição.

Após os testes, foram adotadas as seguintes definições para realização dos ensaios apresentados na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Condições iniciais para aquisição de imagens no microtomógrafo.

| Item | Configuração |
|------------------------------------|----------------------|
| Lente objetiva | 4X |
| Tensão da fonte / potência | 160Kv /10W |
| Pixel size (tamanho do voxel) | 2,0094 μm |
| Tempo total de aquisição | 3 horas |
| Número de radiografias | 1000 |
| Tempo de exposição por radiografia | 8 segundos |
| Detector de resolução | BIN 1 |
| Distância da fonte | -27,6 mm |
| Distância do detector | 18,7 mm |

Não foram utilizados filtros, pois estes reduziam a intensidade da radiação na amostra. A reconstrução tomográfica em geral foi automática no programa do equipamento e não foi observada movimentação (indicado por borrões nas imagens) durante a aquisição.

Devido às limitações da lente utilizada no equipamento, as amostras foram tomografadas com campo de visão reduzido para atingir a resolução desejada (2 μm). Cada amostra tomografada em alta resolução foi reconstruída com 2048² pixels por fatia e em escala de cinza de 16 bit.

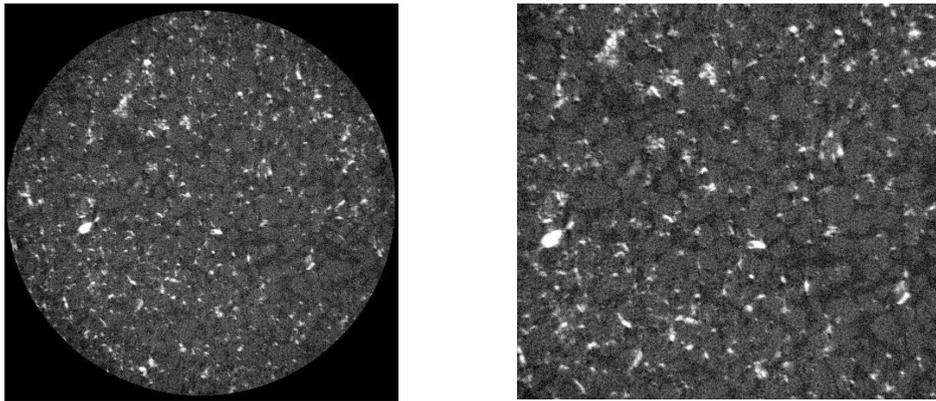
3.5.2.3

Processamento digital de imagens (PDI)

O processamento digital das imagens foi realizado por meio do software de uso livre Fiji/ImageJ. Cada amostra tomografada em alta resolução, se fosse trabalhada na qualidade adquirida, exigiria computadores com uma elevadíssima capacidade de processamento, os quais não se dispunha a princípio. Assim, foi necessário executar alguns ajustes de pré-processamento para viabilizar o trabalho.

A preparação das imagens (em 16 bit de níveis de cinza) contou com ajuste de brilho e contraste para melhor distinção de tonalidade das fases minerais e delimitação de poros. Em seguida, foi necessário realizar corte de sub-volumes com 600³ pixels, de forma reduzir o tamanho final da imagem analisada e a remover artefatos cônicos gerados pelos feixes de raios-X. Em seguida, as imagens foram transformadas em 8 bit, permitindo o uso de computador profissional com 32 Gb de memória RAM para a segmentação das fases com ferramenta de machine learning.

A Figura 3.27 apresenta um exemplo de tratamento realizado nas imagens.



(a) Imagem original

(b) Imagem tratada

Figura 3.27 - Tratamento da imagem no software Fiji/ImageJ.

A técnica utilizada pra segmentação das imagens foi a *machine learning*, disponível no software através da ferramenta plugin *Trainable Weka Segmentation* (TWS) (Figura 3.28). A TWS é uma técnica que busca classificar os materiais com a mesma tonalidade, mas com posições, formas e texturas distintas, por meio de uso simultâneo de algoritmos que detectam tonalidades, bordas, formam regiões e classificam os objetos com similaridade de características. Essa técnica produz resultados com maior acurácia quanto às classificações dos minerais e poros, pois é menos suscetível a ruídos e outros defeitos na tomografia.

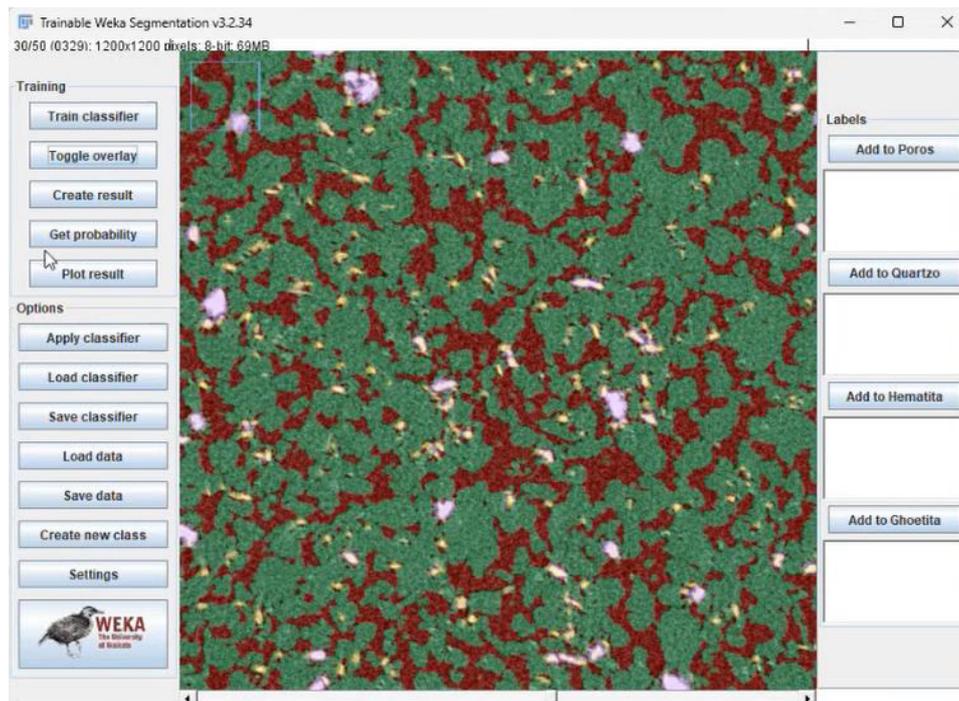


Figura 3.28 - Trainable Weka Segmentation. Aspecto visual da ferramenta do software Fiji/ImageJ.

4 Resultados e Discussões

Neste capítulo são apresentados os resultados da caracterização física, química e mineralógica do rejeito em estudo, assim como o resultado da caracterização microestrutural com amostras reconstituídas utilizando os métodos de compactação com soquete (MT), deposição de lama (SD) e pluviação úmida (WP).

4.1 Caracterização física

Toda a caracterização física do rejeito foi realizada no LGMA (Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente) da Puc-Rio. Utilizou-se amostras deformadas para os ensaios de massa específica dos grãos, granulometria completa com sedimentação e também granulometria à laser.

4.1.1 Massa específica dos grãos com Gs

A massa específica real dos grãos foi obtida realizando-se o ensaio com material passante na peneira #40 (abertura de 0,425 mm) e, adicionalmente, realizou-se o ensaio considerando o solo retido na peneira #100 e retido e passante na peneira #200.

A partir do valor de massa específica, a densidade relativa dos grãos (Gs), foi então obtida dividindo-se a mesma pela massa específica da água. A Tabela 4.1 apresenta o resultado obtido.

Tabela 4.1 - Densidade relativa dos grãos - Amostra de rejeito.

| Condição | ρ_s (g/cm ³) | Gs |
|---------------|-------------------------------|-------|
| Passante #40 | 2,988 | 2,994 |
| Retido #200 | 2,710 | 2,715 |
| Passante #200 | 3,640 | 3,646 |
| Retido #100 | 2,676 | 2,681 |

Observa-se valores de Gs próximos de 3,0 para a amostra passante na peneira #40. Quando se considera a fração fina (passante na peneira #200), o valor tende a ficar próximo de 3,65.

Segundo Milonas (2006), o comportamento de areias tipicamente quartzosas é pouco influenciado pela variação da massa específica dos grãos, que se encontra na faixa de 2,6 e 2,7 g/cm³, valor comumente encontrado na literatura para solos cuja composição mineralógica é semelhante. No entanto, para o minério de ferro é bastante variável devido ao processo de segregação hidráulica

que ocorre no beneficiamento do mineral. Para a hematita do rejeito do Complexo de Água Limpa em Minas Gerais, esse valor ficou na ordem de 5,5 g/cm³. Ainda, para o rejeito da pilha de Monjolo, observou-se uma relação linear crescente entre a massa específica dos grãos e o teor de ferro, conforme Figura 4.1.

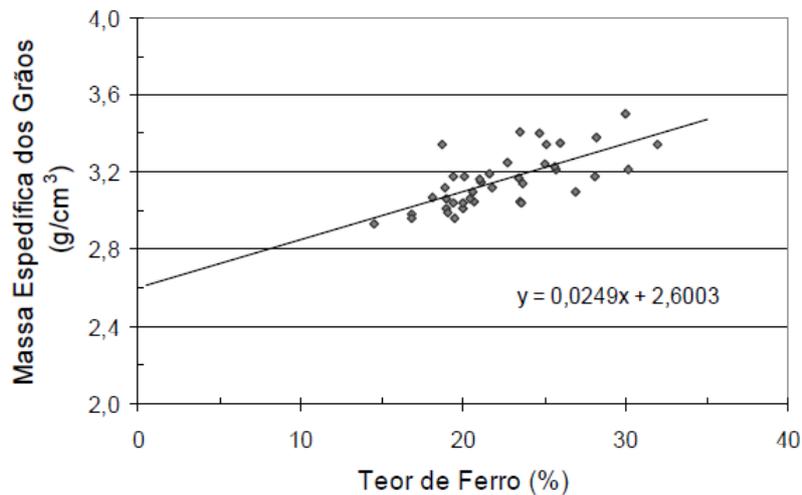


Figura 4.1 - Teor de ferro versus massa específica dos grãos - dados da Pilha de Monjolo. Fonte: Molonas (2006).

O Gs reflete a composição química e mineralógica do material, sendo seu valor uma média ponderada da concentração de cada tipo de mineral da amostra. A Tabela 4.2 a seguir apresenta a densidade relativa dos grãos para alguns minerais.

Tabela 4.2 - Densidade relativa dos grãos de alguns minerais. (Fonte: Adaptado de Brant (2005)).

| Mineral | Gs |
|-----------|-----------|
| Quartzo | 2,70 |
| Caulinita | 2,65-2,92 |
| Gibbsita | 4,38 |
| Hematita | 4,31-5,61 |
| Magnetita | 4,41-5,61 |

Conforme apresentado no item 4.3.1, a predominância de ferro na amostra de rejeito é compatível com o valor de Gs de 3,6 para a fração fina (passante na peneira #200), comparando-se com minerais com predominância de ferro em sua composição na tabela acima.

Considerando a fração mais grossa (retido nas peneiras #100 e #200), o valor de Gs fica próximo do valor de 2,7, compatível com o valor de Gs para o Quartzo. Conforme será apresentado no tópico a seguir (item 4.1.2), a curva granulométrica indica um material com predominância de areia em sua composição (aproximadamente 80%), sendo o quartzo o mineral mais sobressalente na composição. Desta forma, os valores encontrados são adequados para o material em estudo.

4.1.2 Análise granulométrica

A curva granulométrica obtida do ensaio de granulometria por peneiramento e sedimentação, assim como os resultados da granulometria à laser são apresentados na Figura 4.2. As curvas granulométricas são apresentadas com

maiores detalhes e de forma individual no Apêndice, Item i). O ensaio de granulometria a laser foi utilizado para caracterizar melhor a fração fina do rejeito, conforme observado na Figura 4.2.

É possível observar uma curva bem graduada, com predominância de material arenoso, sendo as amostras do ensaio de granulometria a laser as que apresentaram maior proporção de argila.

A Tabela 4.3 apresenta o resumo da distribuição granulométrica do rejeito, considerando a amostra feita com o ensaio convencional de granulometria por peneiramento e sedimentação. A classificação da distribuição granulométrica foi realizada segundo o Sistema Unificado de Classificação de Solos (SUCS), que consiste em dividir os solos em granulação grossa ou fina, sendo considerado como materiais finos os que passam na abertura nº 200 da peneira.

Tabela 4.3 - Tabela resumo da distribuição granulométrica - granulometria por peneiramento e sedimentação.

| Amostra | Pedregulho | Areia | Silte | Argila | Total |
|---------------------|-------------------|--------------|--------------|---------------|--------------|
| Ensaio convencional | 0,0 % | 79,9% | 18,2% | 1,9% | 100% |

É possível observar uma predominância de areia na amostra (quase 80%), com baixa porcentagem de materiais finos, condizente com a faixa encontrada para rejeito de minério de ferro. Desta forma, a amostra pode ser classificada como de rejeito areno-siltoso sem plasticidade.

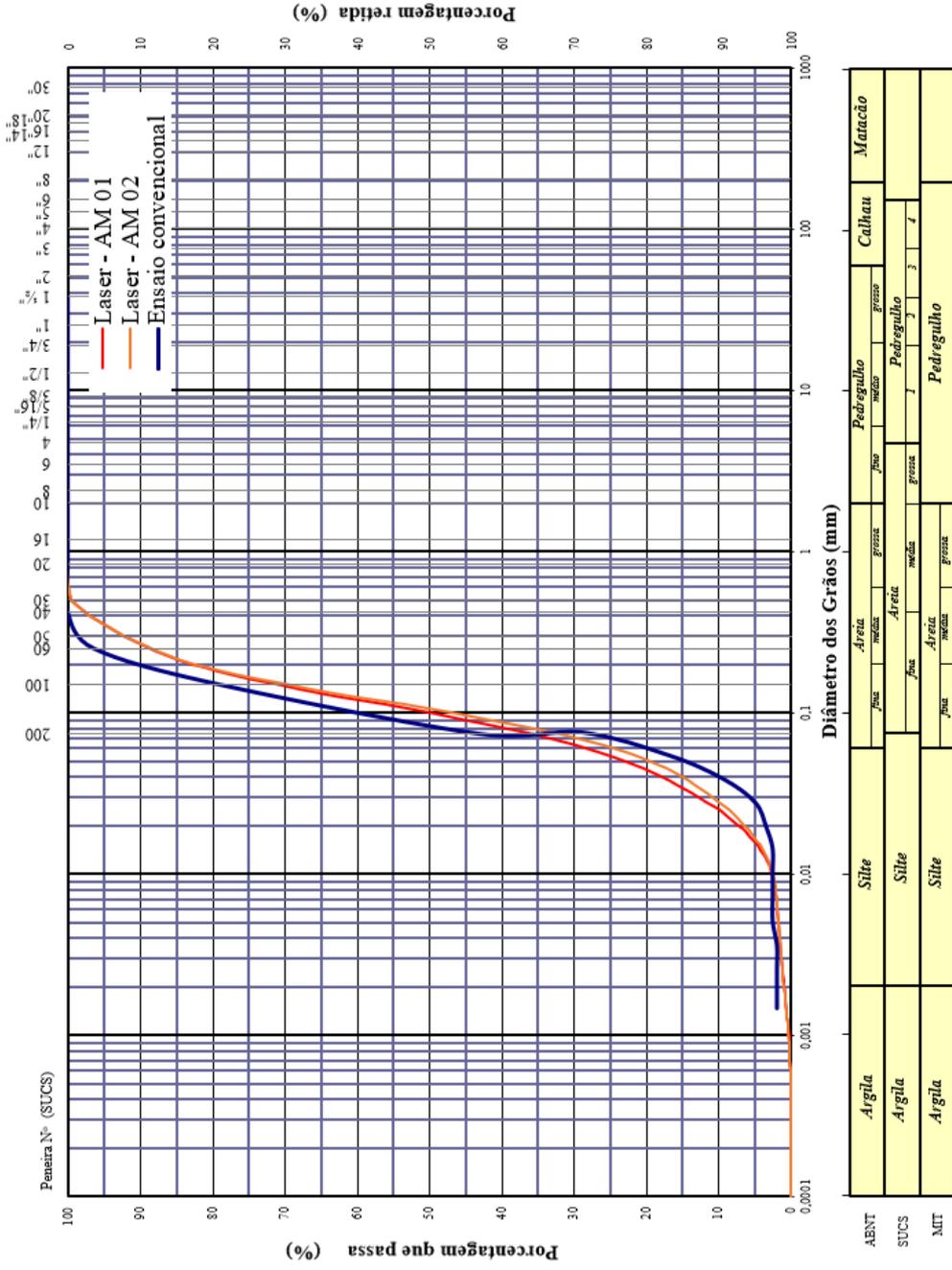


Figura 4.2 - Granulometria do rejeito.

4.2 Caracterização Mineralógica

A visualização das amostras de rejeito pela lupa binocular foi realizada no LGMA (Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente) da Puc-Rio. O ensaio de Difração de raios X foi realizado no Departamento de Engenharia Química e de Materiais (DEQM) e a Microscopia Eletrônica de Varredura com EDS foi realizado pelo grupo de Reologia, do Departamento de Engenharia Mecânica da Puc-Rio. Em todos os ensaios utilizou-se amostras deformadas, seguindo os procedimentos de preparação indicados no Item 3.2.

4.2.1 Lupa Binocular

A observação da amostra em lupa binocular possuiu uma finalidade preliminar para entendimento dos componentes presentes na fração grossa do rejeito, assim como sua morfologia, com caráter complementar aos demais ensaios de caracterização.

As análises foram realizadas em duas amostras (considerando a faixa de material passante na #40 e retido na #200), conforme procedimento apresentado no Item 3.2.1. O material foi pulverizado sobre uma lâmina de vidro para observação e os resultados são apresentados na Figura 4.3 e Figura 4.4. (Legenda: Q – Quartzo e Op – Mineral opaco).

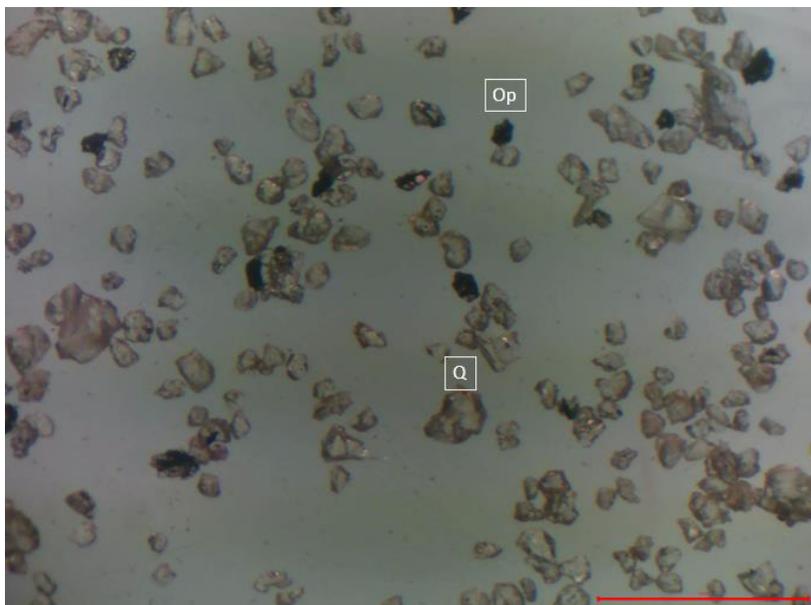


Figura 4.3 - Observação da amostra 01 na lupa. Escala indicada de 1 mm.

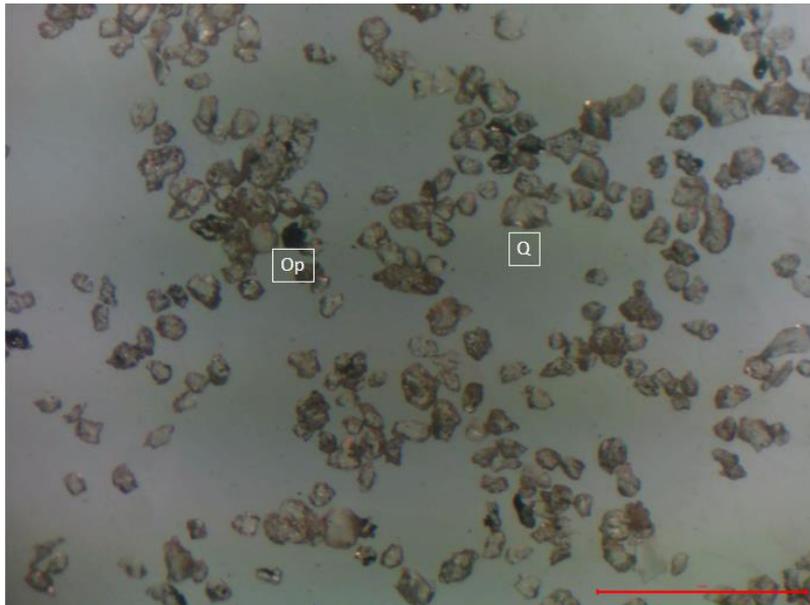


Figura 4.4 - Observação da amostra 02 na lupa. Escala indicada de 1 mm.

Conforme observado nas imagens, as amostras possuem presença massiva de minerais de quartzo com formas variando entre grãos angulosos e sub-arredondados e tal condição pode estar diretamente relacionado ao processo de britagem e/ou moagem. Há também uma pequena proporção de minerais opacos de alta densidade, podendo ser categorizados como minerais provenientes dos óxidos e hidróxidos de ferro, como a hematita.

4.2.2 Difração de raios X

O ensaio de difração de raios X teve por finalidade identificar materiais presentes na amostra, bem como determinar o grau de cristalinidade, através da concentração do mineral e o tamanho das partículas (MOTA, 2016). De acordo com Mendes (2023), quanto mais abaulado for o pico apresentado no difratograma, pior a cristalinidade do mineral, menor sua concentração e também menor é o tamanho da partícula.

As distâncias interplanares basais foram calculadas conforme metodologia apresentada no Item 3.2.2, no qual correlacionou-se o ângulo 2θ com a distância interplanar típica de alguns componentes para a determinação dos materiais presentes na amostra. No cálculo, adotou-se um comprimento de onda de 0,1541 Angstrom da fonte de radiação do tipo k-alpha (tubo de cobre) do equipamento de ensaio. As tabelas com os resultados do cálculo são apresentadas no Apêndice Item ii).

Para o ensaio, foram consideradas duas amostras passantes na peneira #40 e duas amostras passantes na peneira #200, conforme resultados apresentados na Figura 4.5 e Figura 4.6, respectivamente.

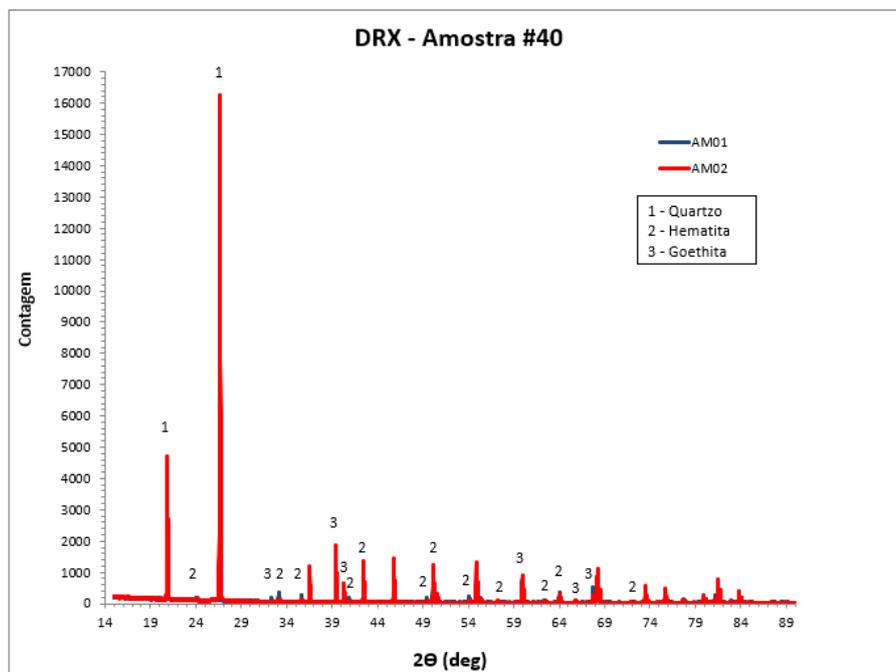


Figura 4.5 - Difratoograma de Raio-X – passante #40.

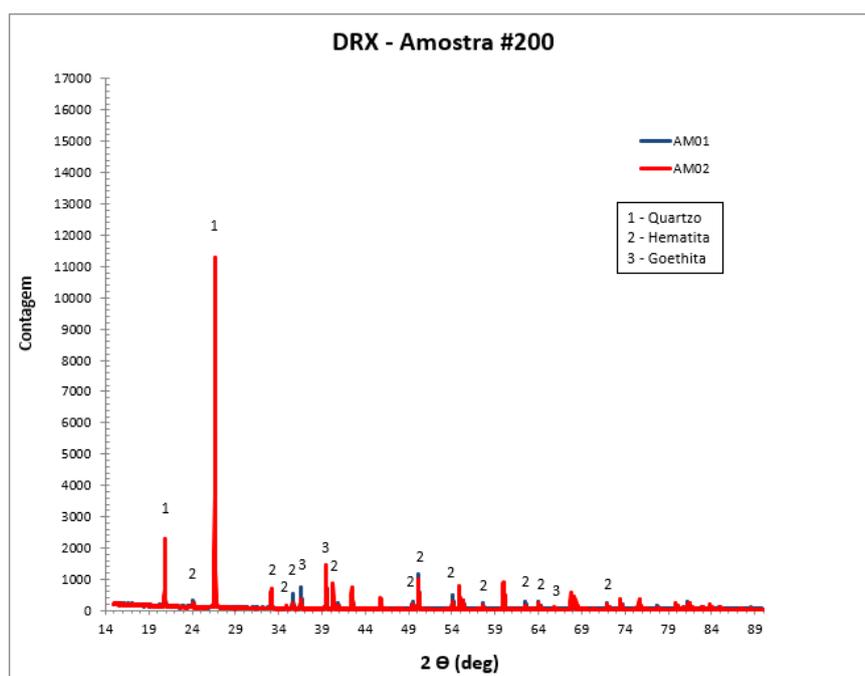


Figura 4.6 - Difratoograma de Raio-X – passante #200.

O resultado dos ensaios tanto para as amostras de material passante na peneira #40 (Figura 4.5) quanto na peneira #200 (Figura 4.6) identificaram a presença predominante de quartzo, representado pelos picos difratados agudos e intensos, o que indica grande concentração e cristalinidade desse material. A hematita e goethita também foram identificados no difratograma, porém com picos menores e menos agudos.

Também foi possível identificar traços de magnetita e caulinita nas amostras, conforme difratogramas ampliados e individuais por amostra apresentados no Apêndice, Item iii). Porém, os traços são pouco incidentes e representativos e não foram considerados na análise global.

4.2.3 MEV com EDS

A forma e a distribuição das partículas são informações importantes para o conhecimento dos materiais. Desta forma, foi realizada a caracterização micromorfológica e textural de três amostras de rejeito de minério de ferro filtrado, denominadas AM01, AM02 e AM03. O ensaio buscou caracterizar toda a faixa de tamanho de grãos. Desta forma, foi considerada toda a amostragem, sem separação dos materiais em peneiras.

As imagens em toda a faixa de escala de ampliação estão apresentadas no Apêndice Item v). Considerou-se ampliações de 1mm (magnificação de 200x), 500 μm (magnificação de 200x e 300x), 200 μm (magnificação de 500x e 1000x), 100 μm (magnificação de 1000x e 2000x) e 50 μm (magnificação de 2000x). As ampliações foram escolhidas durante a execução do ensaio para melhor visualização das partículas.

As imagens capturadas para as três amostras são apresentadas na Figura 4.7, Figura 4.8 e Figura 4.9, respectivamente.

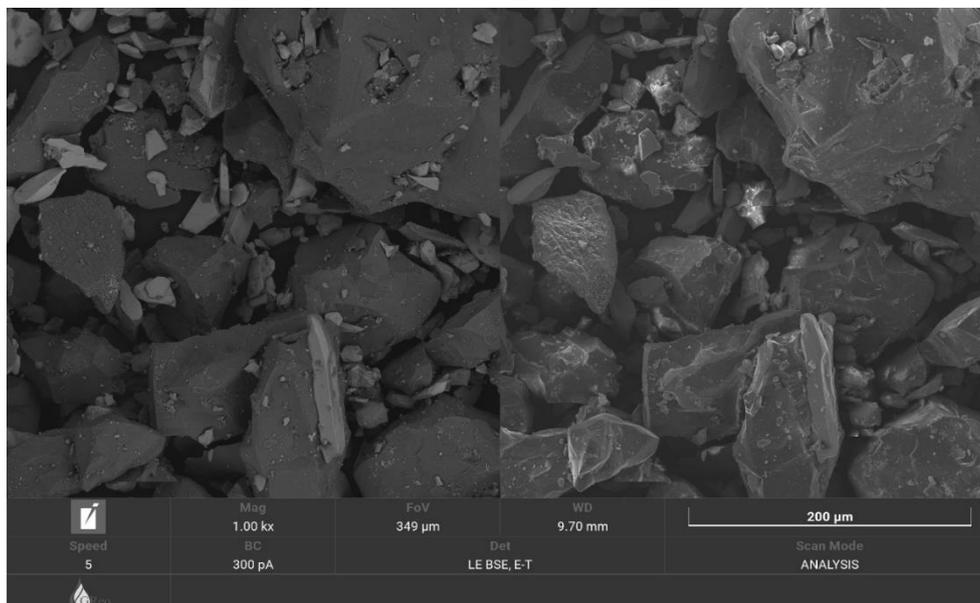


Figura 4.7 - Microtomografia MEV - AM01 (ampliação de 200 μm , magnificação de 1000x).

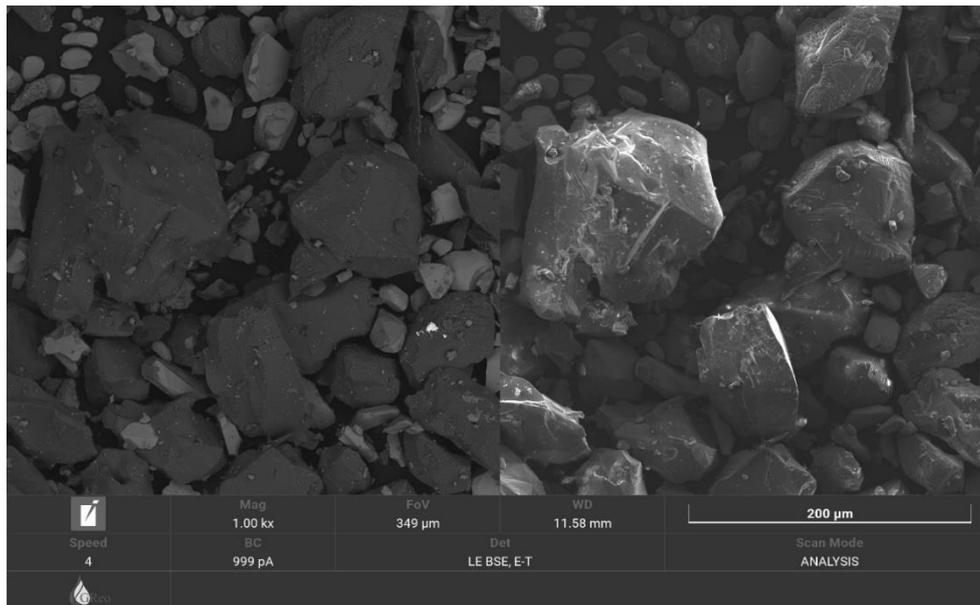


Figura 4.8 - Microtomografia MEV - AM02 (ampliação de 200 µm, magnificação de 1000x).

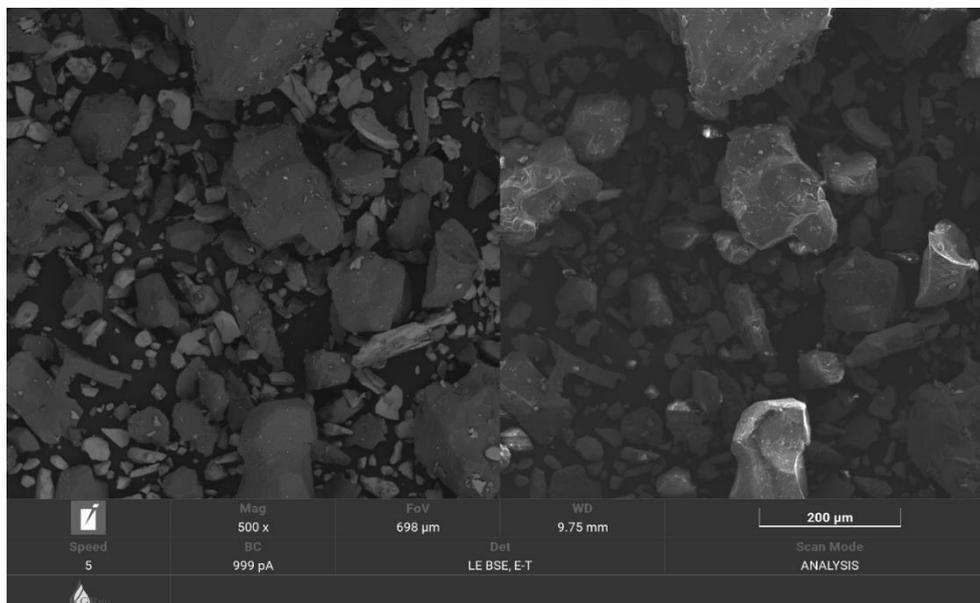


Figura 4.9 - Microtomografia MEV - AM03 (ampliação de 200 µm, magnificação de 1000x).

A partir da análise visual por MEV, observa-se que as amostras apresentaram heterogeneidade em morfologia e tamanho de partículas. Essa condição pode estar associada ao processo de moagem das rochas minerais para o processo de beneficiamento do minério de ferro. Vale ressaltar que não foi possível observar a distribuição das partículas e porosidade da amostra, uma vez que o ensaio foi realizado com amostras deformadas em pó depositado sobre fita de carbono.

É possível observar que a sílica, proveniente do mineral quartzo apresenta maior granulometria, com formato isométrico (3D), variando de formato sub-arredondado a angular. Ela também apresenta coloração mais escura (imagem da esquerda), sendo um material menos denso e condutor de elétrons. Os demais constituintes, sendo materiais cristalinos mais densos (imagem da esquerda), como o ferro e alumínio, possuem coloração mais clara e tamanho de partículas menores, algumas em condição livre e outras aderidas aos grãos de sílica, com formato lamelar e angular, conforme pode ser observado com mais detalhes na

Figura 4.10.

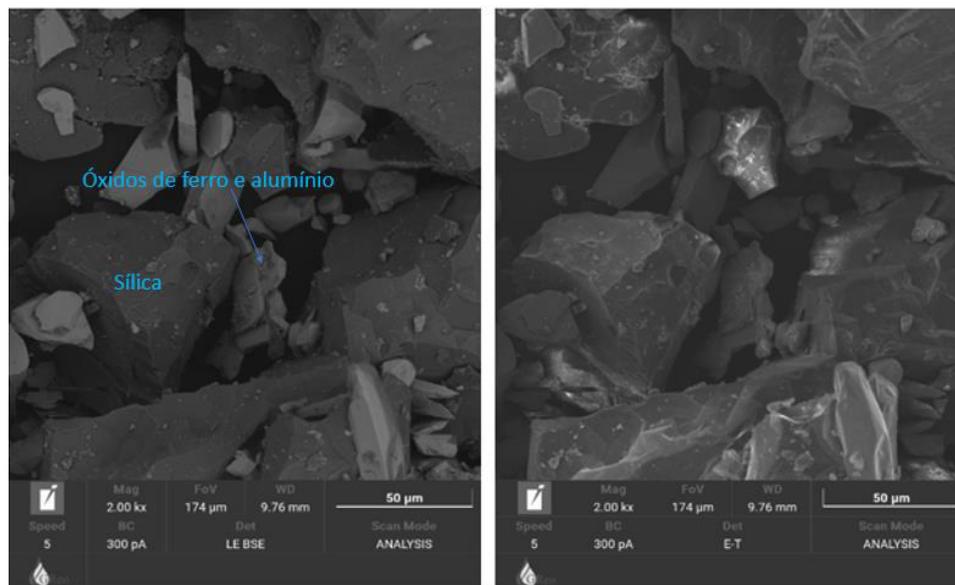
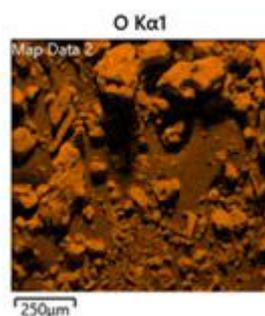


Figura 4.10 - Microtomografia MEV - AM01 – ampliação de 50 µm.

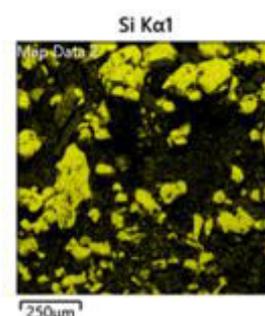
Resultados similares foram obtidos por Telles (2017) para um rejeito de minério de ferro da barragem de Fundão, com imagens ampliadas de 35 a 1500 vezes, onde se observam as presenças de sílica e óxidos de ferro. O ensaio de difração de raios X confirmou o resultado da MEV, identificando o mineral quartzo e os óxidos de ferro hematita e goethita.

Nos estudos de Milonas (2006), o rejeito de minério de ferro utilizado no estudo apresentou basicamente três tipos básicos de partículas: minerais de ferro, minerais de quartzo e minerais de quartzo associados com pequenas partículas de ferro. Esses estudos indicaram também presença de óxidos de ferro e goethita cimentando os grãos de quartzo.

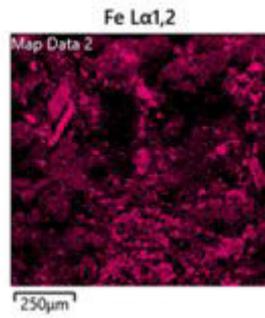
Os ensaios também foram realizados com detectores de espectroscopia de energia dispersiva de Raio-X (EDS) para previsão da composição química as três amostras de rejeito. Os resultados são apresentados na Figura 4.11, Figura 4.12 e Figura 4.13, respectivamente.



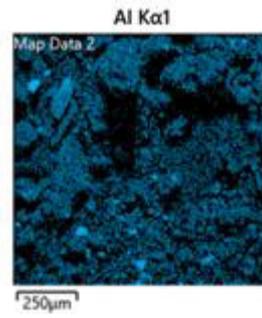
(a) Elemento Oxigênio – 41,00%



(b) Elemento Sílica – 30,43%

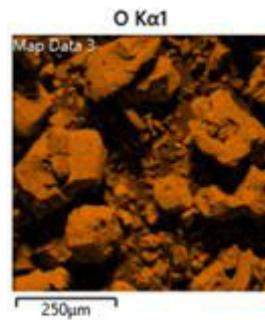


(c) Elemento Ferro - 27,52 %

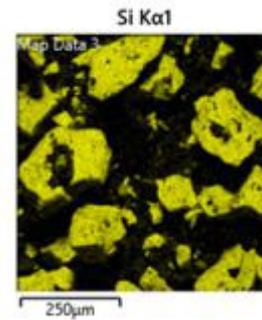


(d) Elemento Alumínio – 1,05%

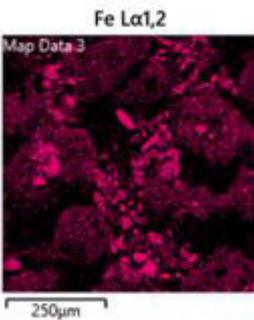
Figura 4.11 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM01.



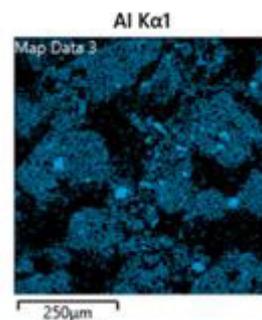
(a) Elemento Oxigênio – 43,48%



(b) Elemento Sílica – 31,36%

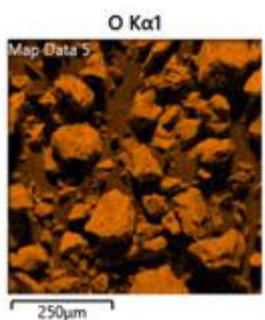


(c) Elemento Ferro – 24,27 %

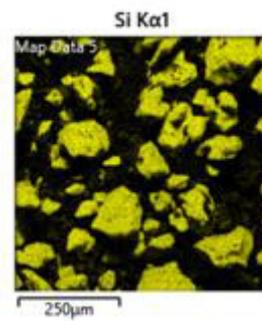


(d) Elemento Alumínio – 0,89%

Figura 4.12 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM02.



(c) Elemento Oxigênio – 44,32%



(d) Elemento Sílica – 32,78%



(c) Elemento Ferro – 22,21%

(d) Elemento Alumínio – 0,69%

Figura 4.13 - Microtomografia de MEV com EDS - Proporção dos componentes - AM03.

De maneira geral, os principais compostos identificados foram os óxidos de silício e de ferro com pequena quantidade de óxido de alumínio, representada pelos elementos O, Fe e Al. Para as três amostras analisadas, as proporções dos elementos foram semelhantes.

Realizou também a quantificação dos componentes avaliando a amostra em diferentes graus de ampliação, sendo 50 μm , 100 μm e 500 μm , conforme apresentando no Apêndice Item v). Para tais variações de ampliação, observou-se que a proporção dos principais elementos da amostra apresentou porcentagens próximas entre si, corroborando os resultados da análise química total por FRX, apresentado no tópico a seguir.

4.3

Caracterização química

O ensaio de análise química total por fluorescência de Raio-X (FRX) foi realizado no Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio) e a medida de pH do rejeito no LGMA (Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente) da Puc-Rio. Utilizou-se amostras deformadas para execução dos ensaios.

4.3.1

Análise química total

O rejeito de minério de ferro é composto principalmente de óxidos de silício (SiO_2), de alumínio (Al_2O_3), de cálcio (CaO), de ferro (Fe_2O_3), de manganês (MnO), de enxofre (SO_2), de fosfatos (H_3PO_4) e algumas composições de metais pesados (YANG, 2014).

O teor de sílica (SiO_2), obtido por meio de análises químicas totais pode ser derivado tanto de silicatos quanto de sílica livre. Os silicatos são considerados argilominerais, micas e feldspatos. Já a sílica livre é proveniente de quartzo e amorfos. O teor de óxido de ferro (Fe_2O_3) está ligado à presença de minerais hematita e goethita, ou também pode estar ligado ao reticulado cristalino de argilominerais ou a existência de óxido livre como material cimentante. O alumínio, identificado pelo teor de alumina (Al_2O_3), está em sua maior parte combinado formando argilominerais e também como parte constituinte de minerais primários como feldspato e micas, além de óxidos e hidróxidos de alumínio, como a gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$) e hidróxidos amorfos (SANTOS, 1975).

Os resultados das análises químicas são apresentados na Tabela 4.4.

Foram consideradas duas amostras, AM01 e AM02, com ensaios realizados em duplicata. Desta forma, tem-se no total quatro resultados de FRX. Para o ensaio, considerou-se material passante na peneira #200 para melhor identificação dos componentes da fração fina do rejeito.

Tabela 4.4 - Resultado das análises químicas totais (FRX) do rejeito passante na peneira #200.

| Componentes | AM 01.1 | AM 1.2 | AM2.1 | AM2.2 |
|--------------------------------|---------|---------|---------|---------|
| Fe ₂ O ₃ | 51,55% | 51,33% | 53,16% | 53,21% |
| SiO ₂ | 46,43% | 46,14% | 44,04% | 44,34% |
| Al ₂ O ₃ | 1,82% | 2,32% | 2,54% | 2,20% |
| K ₂ O | 0,09% | 0,09% | 0,12% | 0,12% |
| MnO | 0,06% | 0,06% | 0,06% | 0,06% |
| CaO | 0,03% | 0,04% | 0,05% | 0,05% |
| CuO | 0,03% | 0,02% | 0,03% | 0,03% |
| Total (%) | 100,00% | 100,00% | 100,00% | 100,00% |

Conforme pode ser observado, o teor de óxido de ferro, sílica e teor de alumina são os principais componentes presentes nas amostras de rejeito de minério de ferro filtrado em estudo, sendo este um resultado esperado para esse tipo de material. Os resultados da análise mineralógica mostraram um rejeito composto basicamente de quartzo, hematita e goethita, concluindo-se que a sílica presente na amostra está no mineral quartzo e, eventualmente, em argilomineral caulinita, assim como os componentes de ferro e alumínio estão na hematita, goethita, e, eventualmente, em pequenos outros óxi-hidróxidos e em alguma parcela de argila caulinita, indicando que os resultados da análise química total e mineralogia estão coerentes entre si.

O processo de formação da caulinita é obtido a partir da reorganização da sílica com o alumínio, através do processo de hidrólise por dissolução do feldspato (ANTUNES, 2015). Desta forma, como este componente é pouco representativo das amostras nos resultados encontrados da análise mineralógica, uma vez que foram observados apenas alguns picos incidentes de caulinita no resultado de DRX, não é possível confirmar que esse processo ocorreu para o rejeito em estudo.

Um ponto de atenção é que o ensaio foi realizado considerando apenas o material passante na peneira #200, uma vez que a finalidade do ensaio foi observar os componentes da fração fina da amostra de rejeito, podendo identificar possíveis argilominerais juntamente com a sílica, ferro e alumínio já esperados de serem encontrados nos resultados, conforme apresentado anteriormente por outros autores.

Conforme pode ser observado na Tabela 4.3, os finos representam aproximadamente 20% da amostra. Desta forma, grande parte do material, que fica retido na peneira #200 são compostos por minerais primários, que acabaram não sendo avaliados. Esses minerais são compostos basicamente por quartzo (conforme apresentado no item 4.2.1, lupa binocular) e concreções de óxido de ferro, que, caso fosse incluso no ensaio, aumentaria significativamente o teor de sílica da amostra. Em contrapartida, utilizando-se todo o material da amostra, não seria possível quantificar possíveis argilominerais presentes.

Desta forma, considerando os percentuais granulométricos e a quantidade de sílica e óxidos de ferro e alumínio obtidas do ensaio de FRX e DRX, observa-se que a proporção de componentes é coerente com os resultados obtidos para a visualização com lupa binocular e também com os resultados de MEV com EDS que estão apresentados no tópico 4.2.3.

4.3.2 Medida de pH do rejeito

A medida de pH do rejeito foi realizada segundo o prescrito no manual da Embrapa (2017), com procedimento apresentado no item 3.3.2. A Tabela 4.5 apresenta os resultados da aferição de pH de duas amostras, sendo elas AM1 e AM2.

Basicamente, quanto maior o pH, maior é a tendência dos íons H^+ irem para a solução e maior é a carga negativa efetiva das partículas. Por exemplo, um pH baixo ($pH < 7$, ácido) promove interação entre a borda positiva e a superfície negativa das partículas do solo / rejeito e frequentemente conduzindo à floculação. Em um pH mais alto ($pH > 7$), ocorrem suspensões estáveis ou dispersões de partículas (BARRETO, 2021).

Tabela 4.5 - Medição do pH do rejeito após 60 minutos.

| Identificação | Leitura |
|---------------|---------|
| AM1 | 8,64 |
| AM2 | 9,10 |

Conforme observado acima, percebe-se proximidade entre os resultados, indicando um teor levemente básico ($pH > 7$) da mistura. Esse teor é esperado para o rejeito de minério de ferro filtrado em estudo, devido ao processo de beneficiamento do mineral, que podem adicionar amidos e demais componentes durante o processo, deixando o pH do rejeito mais básico.

4.4 Reconstituição de amostras

Todo o processo de reconstituição das amostras foi realizado no LGMA da Puc-Rio. Para a comparação das técnicas MT, SD e WP é importante se ter uma visão geral das densidades secas obtidas pelos métodos e os comportamentos observados durante a execução dos ensaios.

Uma vez que o material possui granulometria predominantemente arenosa, o termo Compacidade Relativa (CR) foi adotado para entender a condição de compactação do material em relação aos padrões da Mecânica dos Solos.

Segundo os critérios da ABNT (2022) NBR 6502 – Solos e Rochas - terminologia, os solos arenosos podem ser classificados em função da compacidade relativa, sendo solos fofos com CR até 33%, solos medianamente compactos com CR entre 34 e 66% e solos compactos com CR maior ou igual a 67%.

Os intervalos de índices de vazios para a reconstituição das amostras foram definidos com base nas prescrições apresentadas no item 3.4.1, obtendo-se o resultado apresentando na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Faixa de índice de vazios obtida para o rejeito em estudo.

| e_{min} | e_{max} |
|-----------|-----------|
| 0,64 | 0,85 |

Desta forma, definiu-se o intervalo de índice de vazios de 0,7; 0,75 e 0,8 de

forma a se obter compacidades relativas exequíveis em todos os métodos de reconstituição de amostras do estudo (CR variando de 24% a 71%), conforme apresentado na Tabela 4.7. Valores muito próximos dos limites de CR condicionaria a um estado extremamente fofo ou extremamente compacto, inviabilizando a execução do ensaio.

Um ponto de atenção quanto à classificação e determinação de índice de vazios mínimo e máximo é o fato de que normativas atuais são utilizadas para solos, e rejeitos de minério de ferro, conforme observado neste trabalho, possuem um G_s relativamente mais alto quando comparado a areias puras. Desta forma, a determinação dos intervalos de índice de vazios do trabalho pode sofrer alguma variação, conforme foi observado no trabalho de Corrêa (2018). Há também a limitação das normas para determinação de índice de vazios máximo e mínimo a areias limpas, podendo ocorrer maiores variações nos resultados para o rejeito em estudo.

A Tabela 4.7 a seguir apresenta um resumo da condição de compacidade relativa as amostras, assim como a massa específica seca, o teor de umidade previsto e os resultados obtidos através da confirmação da umidade por cápsulas retiradas das amostras reconstituídas na região central do corpo de prova.

A tabela completa com as informações gerais dos corpos de prova preparados pelos métodos objeto do presente estudo, assim como informações gerais das amostras extraídas para a análise microestrutural são apresentados nas tabelas do Apêndice, Item vi).

Cabe ressaltar que o teor de umidade foi confirmado a partir da retirada de material em três regiões do corpo de prova remoldado, sendo na base, região central e topo, conforme apresentado no apêndice supracitado. A correlação apresentada abaixo para comparação do teor de umidade foi considerada apenas para a cápsula com material retirado da região central do corpo de prova, próximo do local onde foi extraída a amostra para análise microestrutural.

Tabela 4.7 - Tabela resumo de densidades e teor de umidade dos corpos de prova para análise microestrutural.

| Método | Amostra | Massa específica seca (g/cm ³) | CR calculada (%) | Condição | Índice de vazios alvo | Índice de vazios obtido | Teor de umidade calculado (%) | Teor de umidade obtido (%) |
|------------------------|---------|--|------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| Moist Tamping (MT) | MCT.7 | 1,760 | 71,000 | Compacto | 0,700 | 0,841 | 12,720 | 12,038 |
| | MCT.75 | 1,710 | 47,000 | Medianamente compacto | 0,750 | 0,897 | 12,720 | 11,947 |
| | MCT.8 | 1,660 | 24,000 | Fofo | 0,800 | 0,901 | 12,720 | 12,311 |
| Slurry Deposition (SD) | SCT.7 | 1,760 | 71,000 | Compacto | 0,700 | 0,725 | 43,084 | 22,730 |
| | SCT.75 | 1,710 | 47,000 | Medianamente compacto | 0,750 | 1,018 | 44,344 | 23,110 |
| | SCT.8 | 1,660 | 24,000 | Fofo | 0,800 | 0,500 | 45,679 | 21,410 |
| Water Pluviation (WP) | PCT.7 | 1,760 | 71,000 | Compacto | 0,700 | 0,814 | 76,936 | 28,140 |
| | PCT.75 | 1,710 | 47,000 | Medianamente compacto | 0,750 | 0,878 | 79,185 | 25,940 |
| | PCT.8 | 1,660 | 24,000 | Fofo | 0,800 | 0,759 | 81,570 | 27,340 |

Observa-se que o teor de umidade obtido diverge consideravelmente em relação ao calculado para os métodos SD e WP. Isso se deve a dois fatores principais, sendo o primeiro a quantidade de água acrescentada durante a execução do ensaio para limpeza da parede do aparato do SD e do funil do WP e o segundo relacionado à perda de massa e umidade após a retirada da membrana para extração dos corpos de prova para a análise de microestrutura.

Outro ponto de atenção é quanto ao aparato colocado na região central do corpo de prova (apresentado no item 3.5.1) que pode também influenciar no teor de umidade. O método B apresentado neste trabalho, apesar de causar menos perturbação na amostra, gera perda de água durante o processo de retirada da membrana e o molde que envolve o corpo de prova considerado para a análise microestrutural limita o contato do rejeito úmido dentro do acrílico com a região de entorno, o que também pode interferir no teor de umidade final.

Essas questões também interferem no índice de vazios obtido para esses métodos, conforme valores apresentados na Tabela 4.7. Para determinação do índice de vazios a partir do teor de umidade (pesagem de capsulas em estufa), foi utilizada a eq. 4-1 abaixo, em que V_v = Volume de vazios e V_s = Volume de sólidos, considerando $G_s = 2,99$ obtido do ensaio apresentado no Item 4.1.1.

$$e = V_v/V_s$$

eq. 4-1

Chama a atenção que na técnica de WP é possível se alcançar valores maiores de índice de vazios que o previsto nas condições compacta e medianamente compacta. Isso pode estar associado ao fato de que nesta técnica não se utiliza nenhum tipo de força de compactação, senão a força da sedimentação natural das partículas por gravidade. O material em estudo é predominantemente arenoso, influenciando diretamente na velocidade de queda da partícula e no rearranjo estrutural, o que pode justificar tal fato.

A técnica SD variou muito o índice vazios, apresentando discrepâncias em relação ao índice alvo e o obtido no estado fofo e medianamente compacto e não é possível se estabelecer uma correlação. Na condição compacta, o índice de vazios obtido se aproximou do previsto inicialmente.

Para a técnica de MT já se é esperado um resultado com índice de vazios superior ao índice de vazios máximo (ABNT), uma vez que a técnica tem a capacidade de produzir corpos de provas em estado muito fofo devido aos efeitos capilares entre os grãos (CORRÊA, 2018).

Essa maior variação pode ser observada no gráfico de dispersão da Figura 4.14.

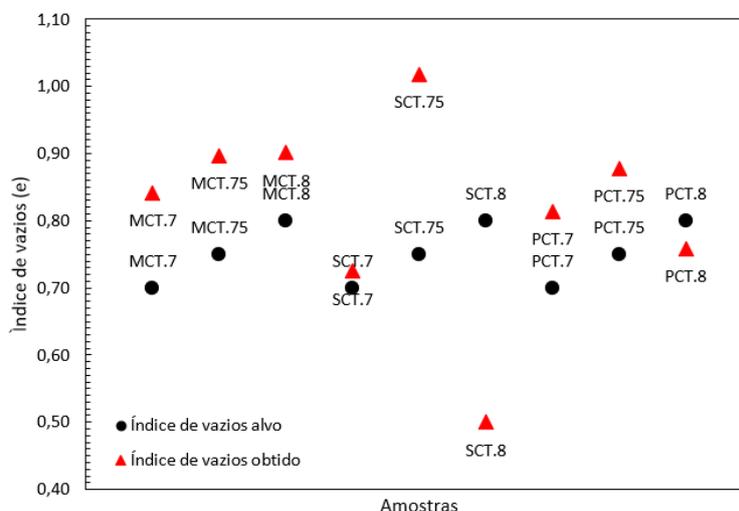


Figura 4.14 - Índice de vazios alvo x Índice de vazios obtido.

Outra questão de complexidade adicionada a esta pesquisa reside no fato de que os rejeitos exibem características particulares e inerentes, herdadas das ocorrências minerais e dos processos de beneficiamento dos quais derivam, além dos métodos de disposição adotados. Embora se pressuponha que os rejeitos possuam características comportamentais semelhantes às dos solos naturais granulares de transição, é crucial destacar que esses tipos de materiais apresentem diferenças substanciais entre si. Portanto, a abordagem tradicional da mecânica dos solos deve ser colocada com cautela, considerando a complexidade e as particularidades dos rejeitos, uma vez que normativas e ensaios foram inicialmente desenvolvidos para materiais naturais e o rejeito é um material fabricado pelo homem.

4.5 Caracterização Microestrutural

Todo o processo de preparação das amostras para análise microestrutural foi realizado no LGMA (Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente) da Puc-Rio. As amostras, após preparadas, foram transportadas para o LCT (Laboratório de Caracterização Tecnológica), do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo em uma caixa de isopor contendo gelo seco para manter a condição de congelamento das amostras durante o transporte.

4.5.1 Microtomografia computadorizada de raios X (MicroCT)

Conforme apresentado no Item 3.5.2, o ensaio foi realizado em nove amostras de rejeito de minério de ferro filtrado, reconstituídas pelos três métodos objeto do presente estudo, sendo: Moist Tamping (MT), Slurry Deposition (SD) e Water Pluviation (WP). Para cada um dos métodos, variou-se o índice de vazios inicial nos valores de 0,7; 0,75 e 0,8.

O ensaio foi realizado com o objetivo de avaliar as nuances de cada técnica de reconstituição de amostras, no que tange a avaliação de estruturas reliquias dos corpos de prova, bem como distribuição das partículas e macroporosidade.

Os corpos de prova possuíam diâmetro médio de 11 mm e altura média de 15 mm e buscou-se inicialmente realizar o ensaio com uma amostra teste para se obter uma resolução com o melhor custo benefício possível. Um ponto de atenção durante o teste foi o tempo de aquisição de imagens, que não poderia ser muito longo, uma vez que a amostra na condição inicial se encontra congelada e o feixe de Raio-X emite calor, que provoca o derretimento da amostra. Logo, períodos de exposição muito longos da amostra ao feixe de Raio-X inviabilizaria a execução do ensaio.

Após o teste, o equipamento foi devidamente ajustado e calibrado, e a aquisição das imagens replicada para as 9 amostras. A resolução obtida se limitou à escala de macroporos, desta forma, não foi possível realizar o cálculo da porosidade total de cada amostra, que abrange micro, meso e macroporos.

Alguns fatores podem influenciar na qualidade dos conjuntos de dados brutos que dão origem à matriz, que depende da energia do fóton, do fluxo do fóton, do tamanho da amostra e do tipo de amostra. Imagens com alta resolução espacial (5 μm) só podem ser obtidas com amostras pequenas (inferiores a 2 mm de diâmetro) (PASSONI, 2013). Para se obter uma resolução melhor que

abrangesse uma maior escala de distribuição de poros, seria necessário obter corpos de prova de menores dimensões, o que não seria representativo das amostras, além da dificuldade em se moldar corpos de prova muito pequenos durante os processos de reconstituição apresentados neste trabalho.

4.5.1.1 Análise qualitativa das amostras

Os resultados das imagens de microCT das amostras, em vistas ortogonais, são apresentados da Figura 4.15 a Figura 4.23. No Apêndice Item vii) também estão apresentadas algumas vistas horizontais de cada amostra para maiores detalhes.

Um cristal pode ser definido como um sólido composto de átomos, íons ou moléculas arranjadas de maneira periódica e ordenada em uma estrutura tridimensional (CULLITY e STOCK, 2001). Em condições favoráveis de formação, podem ser delimitados por superfícies planas, assumindo formas geométricas regulares. Embora grande parte das substâncias, tanto naturais quanto sintéticas, seja cristalina, algumas carecem de arranjo atômico interno ordenado e são chamadas de amorfas. O vidro é um exemplo de substância amorfa (KLEIN e HURLBUT, 1985). A partir dos resultados apresentados, observa-se a pigmentação branca nas imagens relacionadas aos minerais cristalinos de maior densidade como o minério de ferro, pigmentação em cinza relacionados a minerais de menor densidade como a sílica, proveniente do quartzo (um mineral amorfo) e distribuição de vazios em coloração escura, próxima do preto (ausência de partícula).

Mahmood e Mitchell (1974) realizaram estudos para entendimento da compressibilidade e resistência de areias através da avaliação da matriz desses materiais com amostras reconstituídas pelas técnicas de compactação com soquete, pluviação a seco e vibração, e relacionando a matriz do solo com resistências sob carregamento cíclico. Foram consideradas densidades relativas de 50 % e 80 % e a ênfase do estudo estava na avaliação do contato entre grãos e orientações das partículas. Como resultados, tem-se que a matriz produzida por cada um dos métodos de preparação de amostras estudados foram bastante reprodutíveis e a orientação preferencial das partículas nos planos se desenvolvem na direção horizontal para cada um dos métodos de compactação estudado. Observou-se também que a intensidade da orientação preferencial das partículas ao longo do eixo aumenta conforme a umidade e observou-se orientação quase aleatória nas amostras preparadas por vibração.

Para a compacidade relativa de 50% do estudo de Mahmood e Mitchell (1974), a proporção das orientações interplanares foi na faixa de 0 a $\pm 30^\circ$ em relação ao eixo horizontal, sendo a proporção de planos de contato orientados nessas direções maior do que em outras orientações para todos os métodos de compactação. Já para a compacidade relativa de 80%, a proporção de contato interpartículas é orientado de 0 a $\pm 30^\circ$ com a horizontal em maior proporção para pluviação seca do que para compactação com soquete, embora a resistência no carregamento cíclico é consideravelmente maior para amostras preparadas por compactação com soquete. Os autores citam também que variações substanciais na densidade da amostra em um estudo ao longo da longitudinal do corpo de prova podem ser vistas em radiografias de Raio-X com maiores detalhes, e essas variações diferiram para o preparo da amostra pelos diferentes métodos.

Diferentemente dos resultados obtidos dos estudos de Mahmood e Mitchell (1974), os corpos de prova da presente pesquisa apresentaram uniformidade da distribuição dos grãos e espaços vazios nas três vistas ortogonais. Devido ao nível de resolução, não é possível confirmar se há uma orientação preferencial das

partículas, mas, com base nos estudos citados acima, há uma tendência de orientação preferencial das partículas com o plano horizontal.

Yusa e Bowman (2019) também avaliaram a microestrutura de duas areias siltosas com finos entre 4 e 35% com amostras indeformadas retiradas por *gel push*, buscando avaliar seu grau de perturbação. As amostras foram carregadas em diferentes níveis de tensão e observou-se que as mesmas também indicaram uma orientação preferencial das partículas com a horizontal.

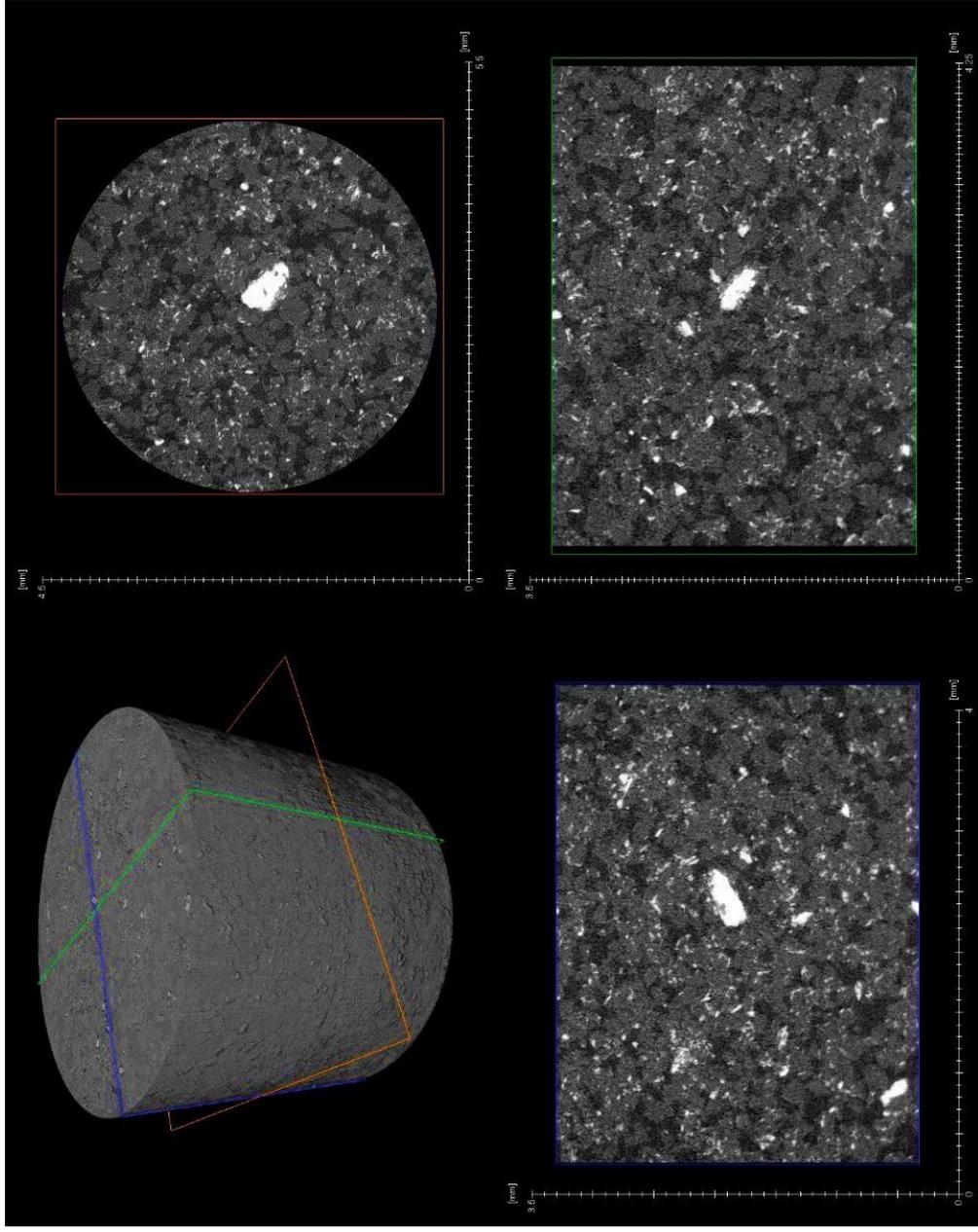


Figura 4.15 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7623-23 – Método de reconstrução MT, $e=0,7$.

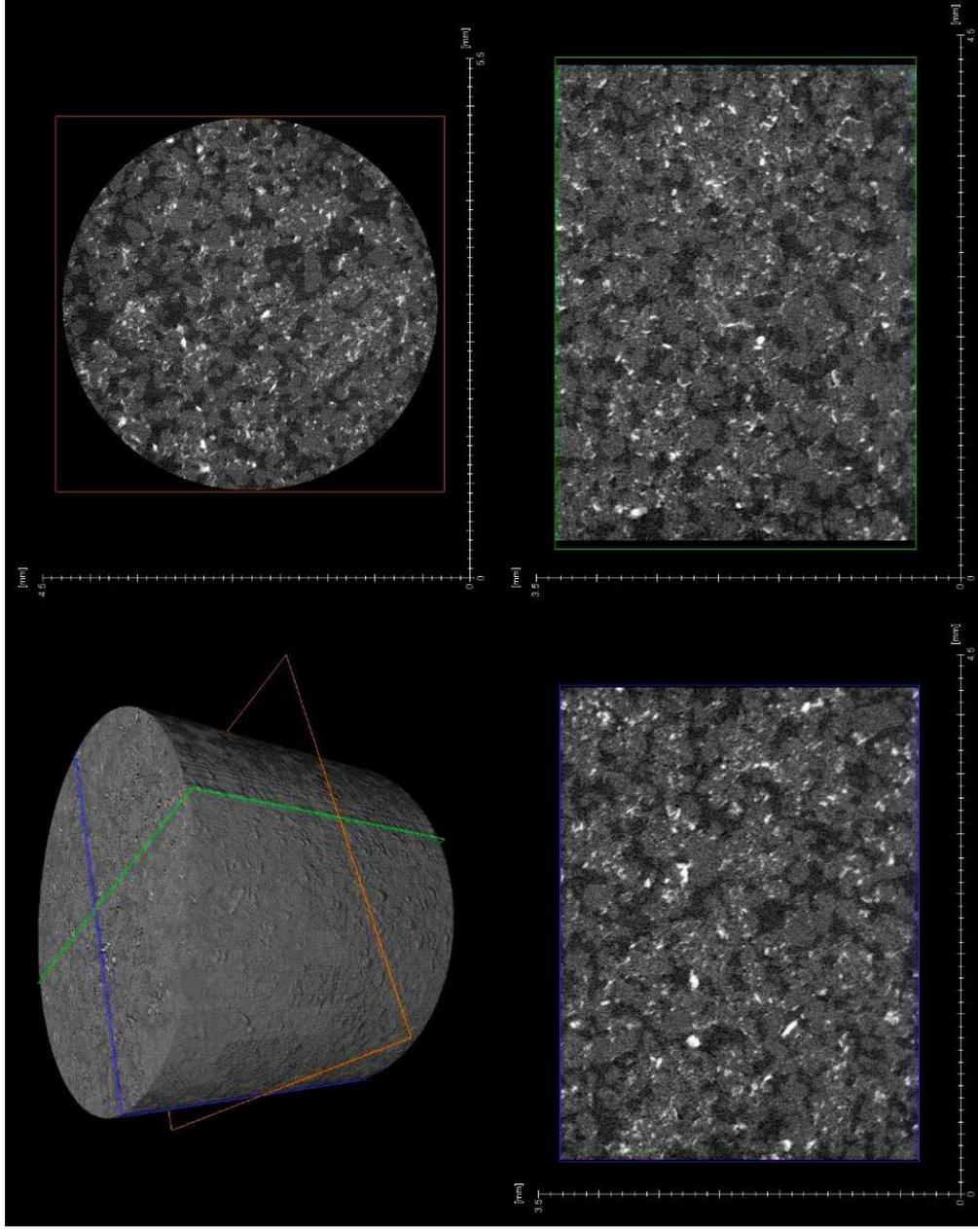


Figura 4.16 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7624-23- Método de reconstrução MT, $e=0,75$.

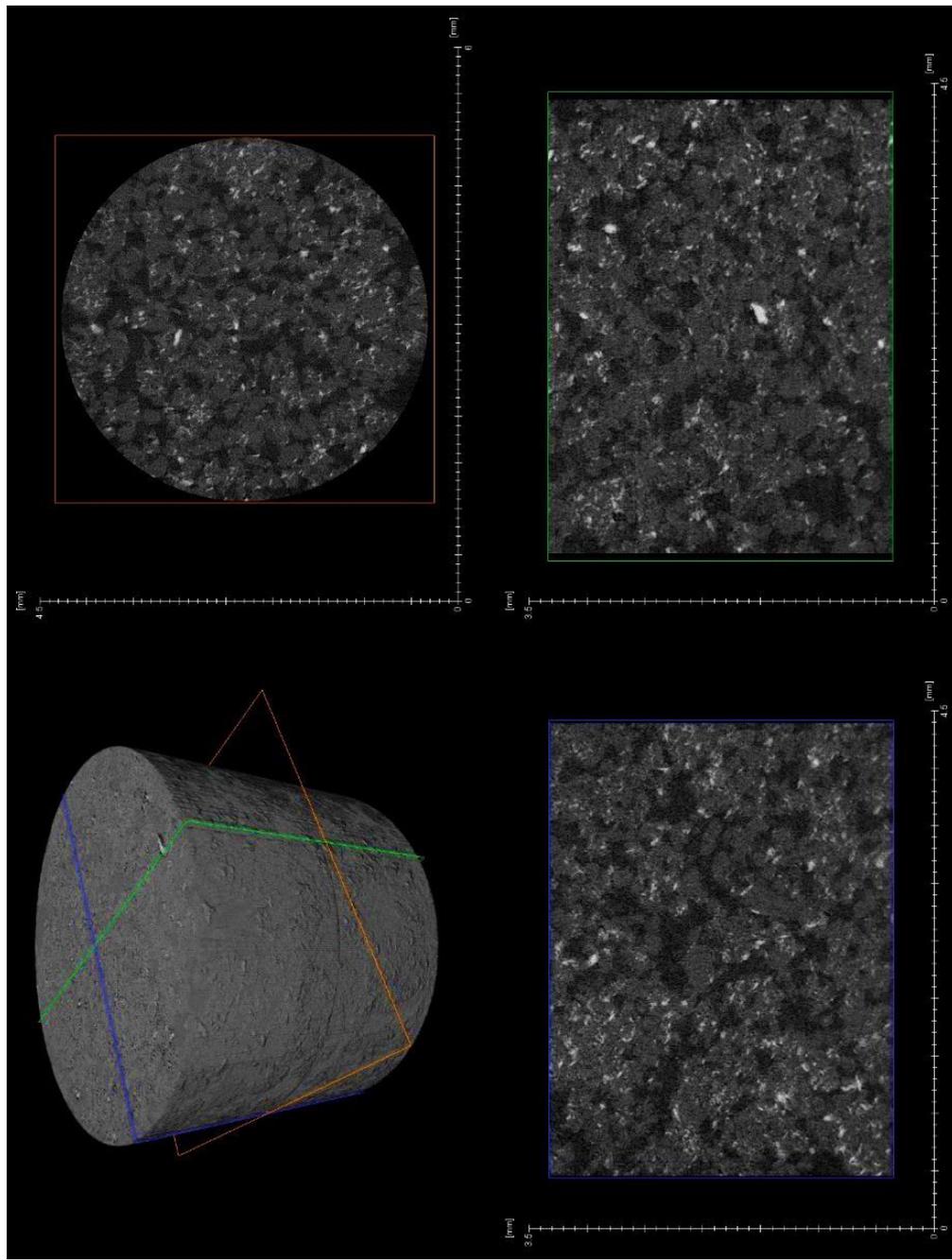


Figura 4.17 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7625-23- Método de reconstituição MT, $e=0,8$.

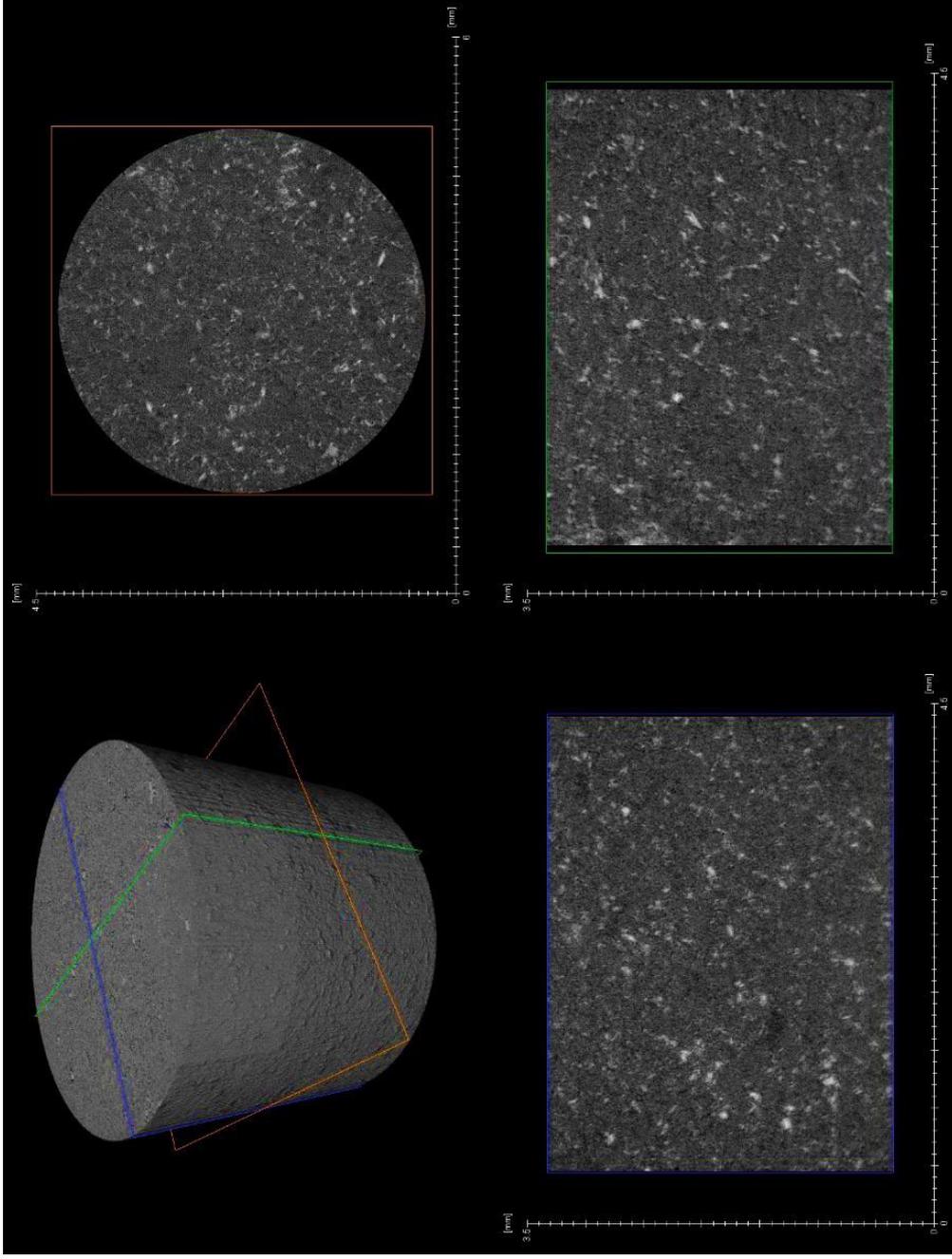


Figura 4.18 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7626-23- Método de reconstituição SD, $e=0,7$.

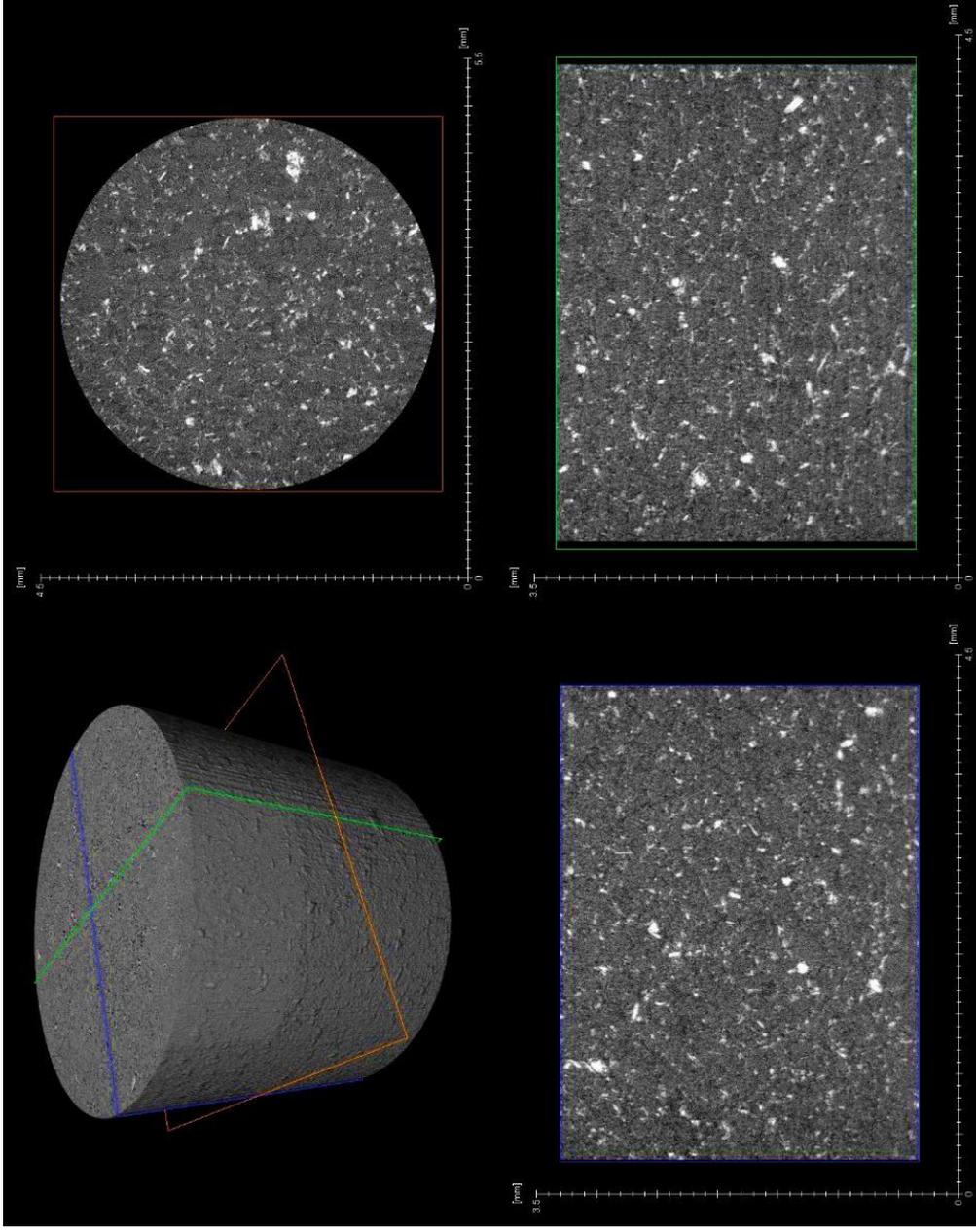


Figura 4.19 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7627-23- Método de reconstrução SD, $e=0,75$.

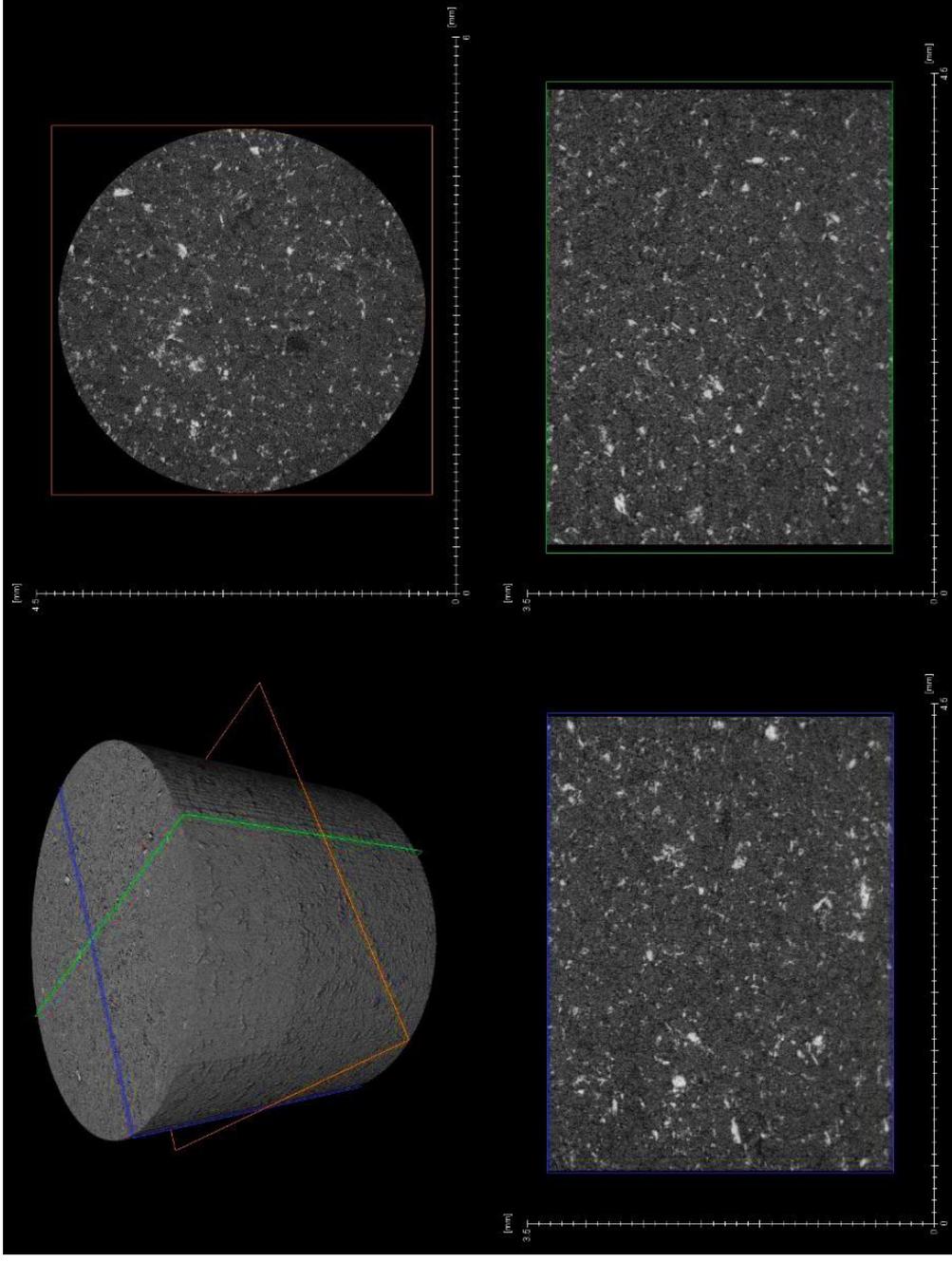


Figura 4.20 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7628-23- Método de reconstituição SD, $e=0,8$.

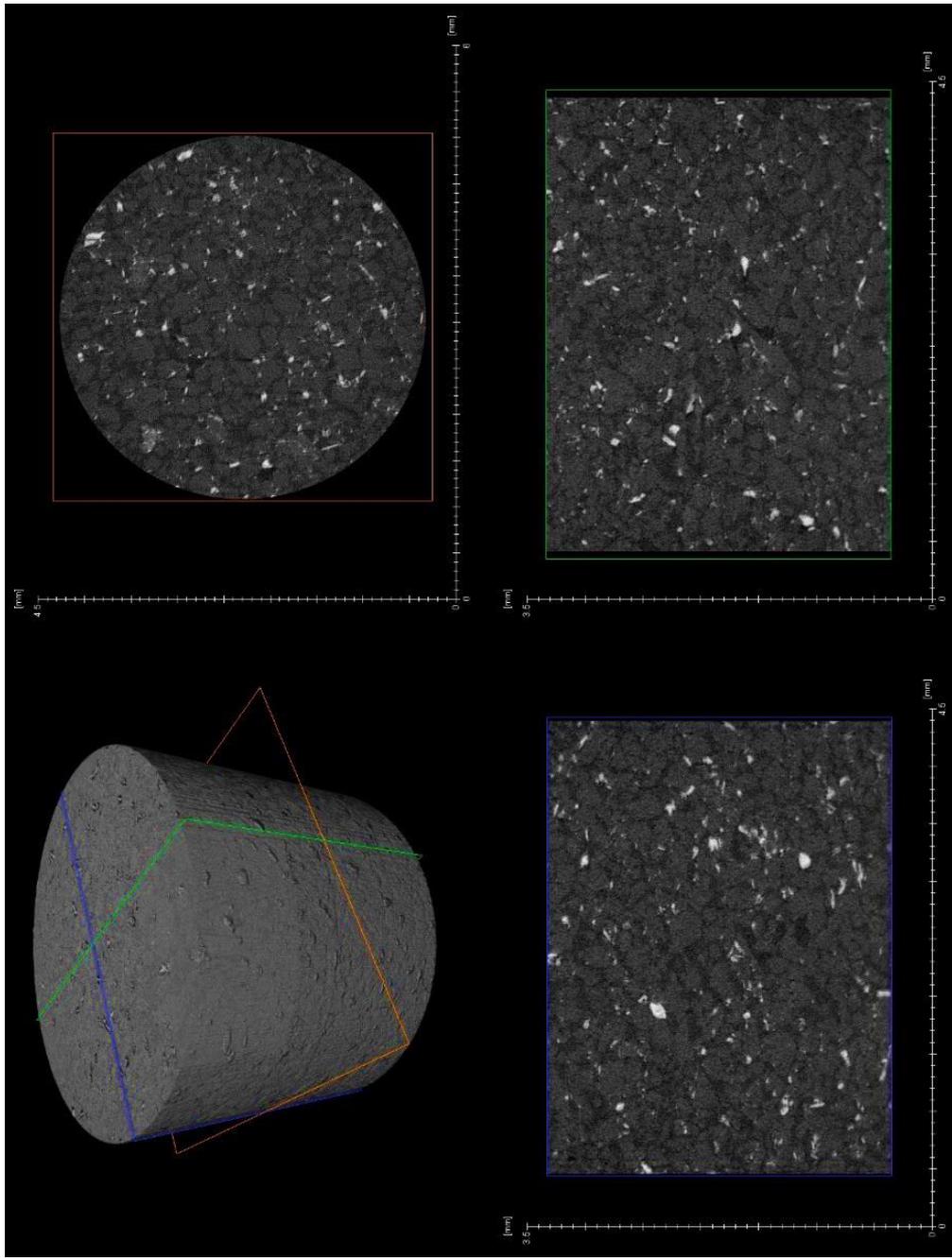


Figura 4.21 - Microtomografia computadorizada - Visias ortogonais amostra 7629-23- Método de reconstituição WP, e=0,7.

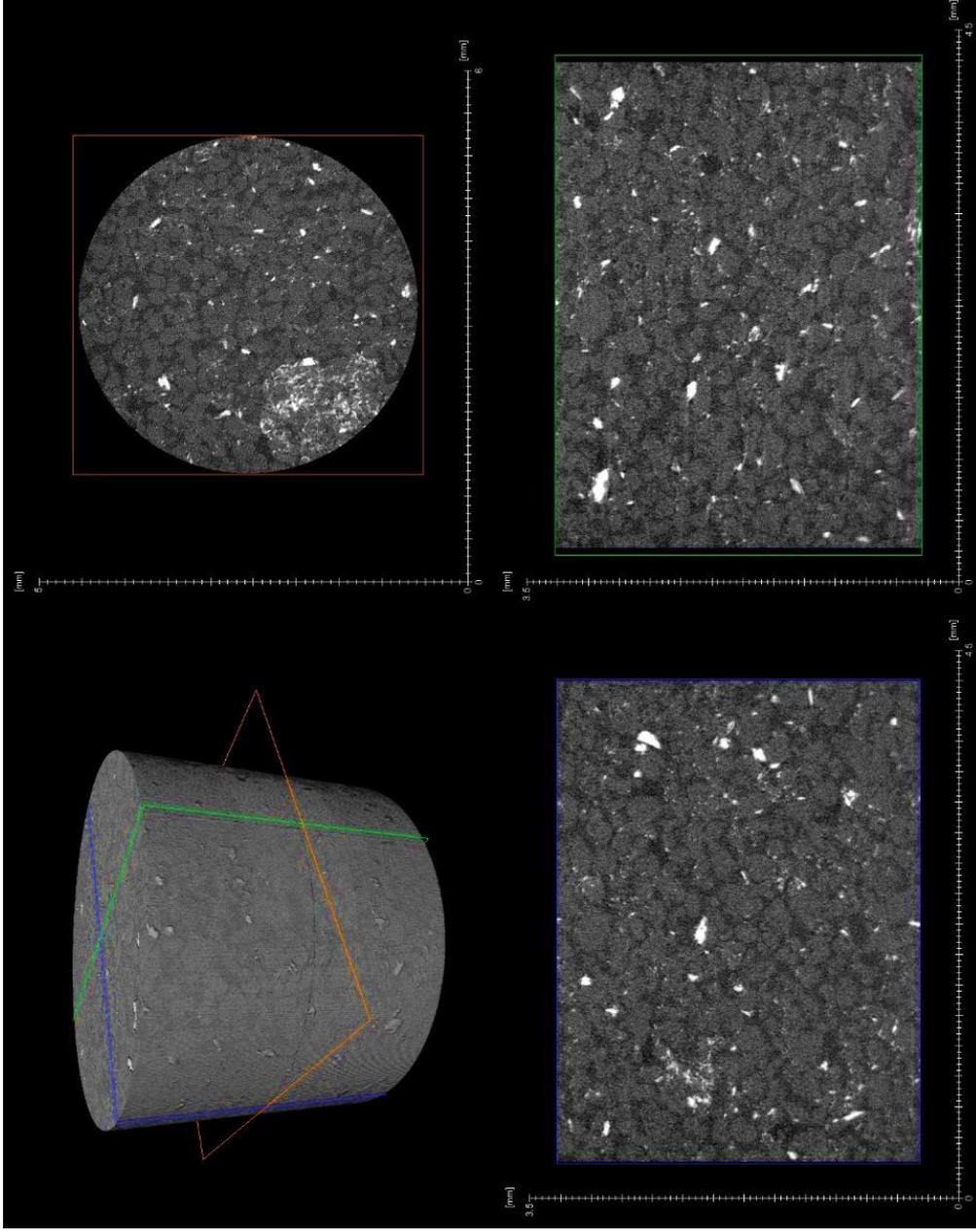


Figura 4.22 - Microtomografia computadorizada - Vistas ortogonais amostra 7630-23- Método de reconstrução WP, $e=0,75$.

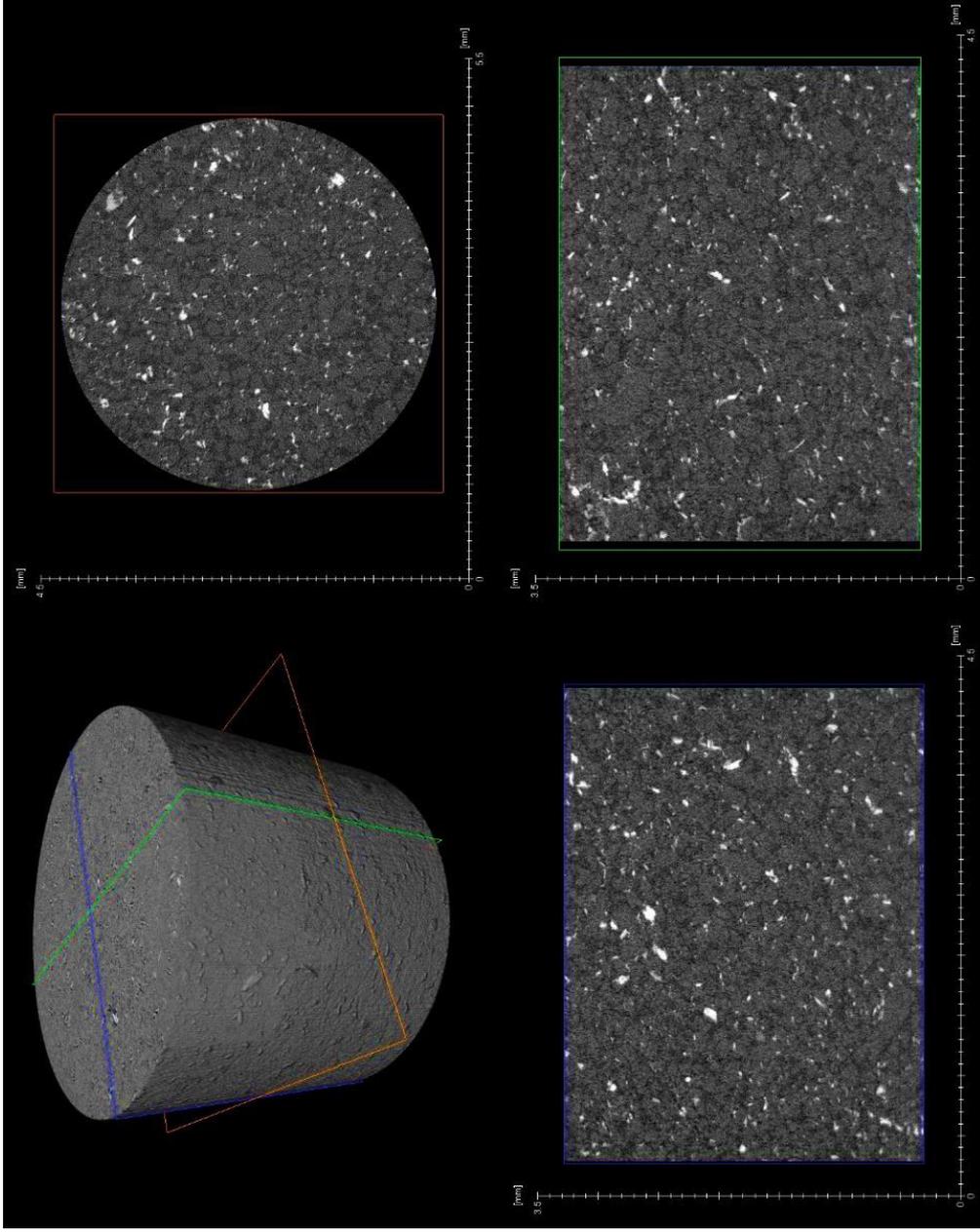


Figura 4.23 - Microtomografia computadorizada - Visias ortogonais amostra 7631-23- Método de reconstituição WP, e=0,8.

Realizando-se uma comparação entre os métodos e considerando o mesmo índice de vazios inicial, algumas observações interessantes podem ser identificadas na Figura 4.24 a Figura 4.26 a seguir.

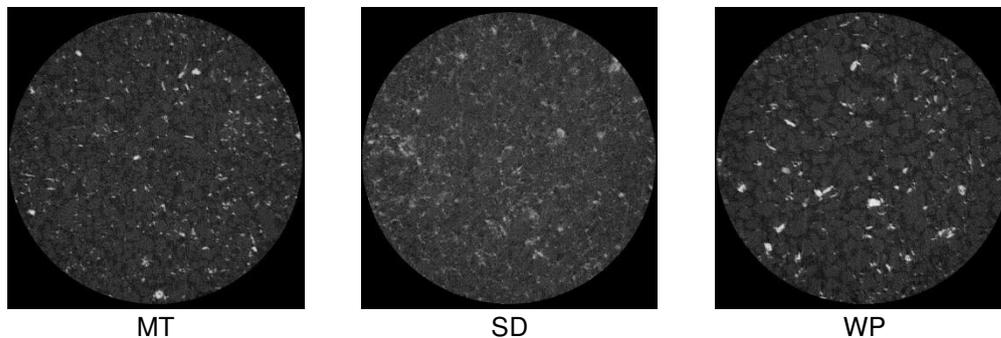


Figura 4.24 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras e $\epsilon=0,7$.

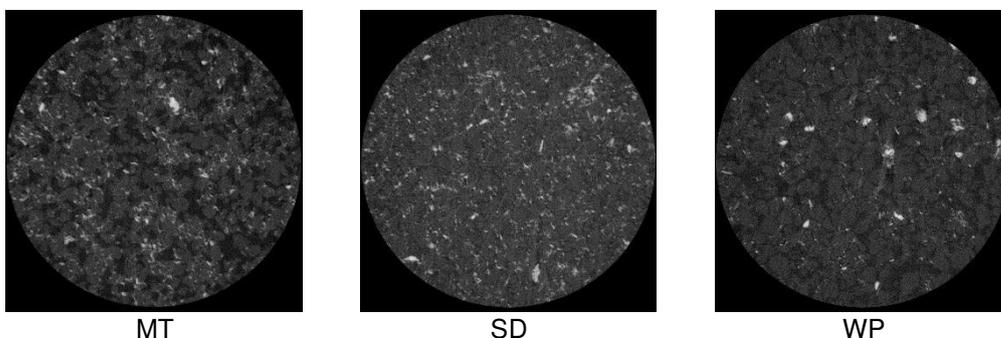


Figura 4.25 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras e $\epsilon=0,75$.

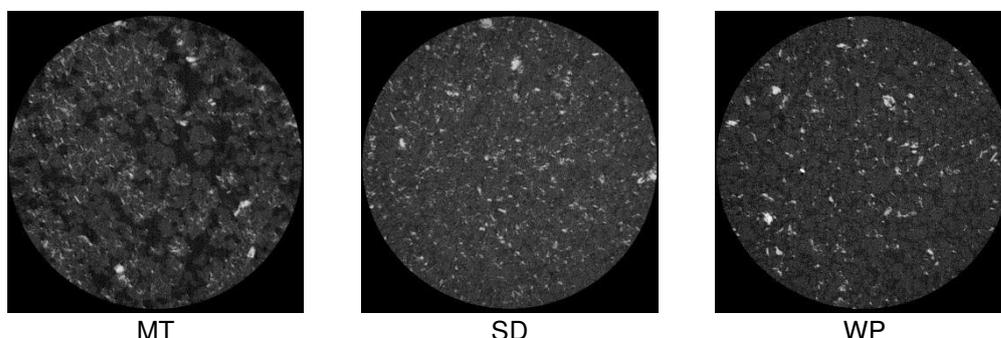


Figura 4.26 - Microtomografia computadorizada - Comparação entre amostras e $\epsilon=0,8$.

Para a técnica MT, é possível observar formação de grumos devido ao processo de compactação estática, que tendem a se manter mesmo com o aumento do índice de vazios inicial da amostra. Nas imagens é possível observar a aglomeração da sílica e aumento do índice de vazios. Isso também pode estar relacionado ao teor de umidade da amostra, compactada próxima da umidade ótima do material, que gera capilaridade entre os grãos, contribuindo para o aumento de forças de contato e formação dos grumos.

Corrêa (2018) cita que a estrutura das amostras nestes casos apresenta-se numa formação denominada “favo de mel” e “metaestável”, e que conduz frequentemente a um comportamento de suavização das tensões potencialmente liquefável para qualquer modo de carregamento. De acordo com Casagrande (1975), e Vaid e Sivathayalan (2000), amostras por esse método tendem a apresentar uma estruturação com maiores índices de vazios quando comparados a amostras reconstituídas pelo método de pluviação.

Para a técnica SD, mesmo com a variação do índice de vazios inicial, observou-se uniformidade na distribuição dos grãos e contato interpartículas para todas as amostras, bem como a formação de amostras reconstituídas menos porosas e mais densas que as dos demais métodos, o que é coerente com os resultados de índice de vazios obtidos e apresentados na Tabela 4.7. Isso pode estar associado ao processo de agitação da mistura, que gera homogeneização do corpo de prova.

A técnica WP não apresentou distribuição de partículas e espaços vazios tão homogênea quanto a técnica SD, indicando, para esse material e nas condições de execução do ensaio descritas neste trabalho, ser uma técnica intermediária com relação a variações em índice de vazios e densificação das partículas. Essa condição dos espaços vazios é inerente da própria técnica, devido ao processo de sedimentação natural das partículas sem qualquer esforço de compactação.

Com base nos resultados apresentados, alguns fatores chamam atenção quanto às técnicas de reconstituição de amostras, sendo eles:

- Observa-se diferentes arranjos de aglomerados de partículas como resultado de diferentes métodos de preparação. Medições de distribuição de tamanho de poro podem fornecer informações sobre isso, como o ensaio de porosimetria por intrusão de mercúrio, que para a condição de congelamento do estudo, não foi possível de ser realizado;
- A influência do tipo de areia/rejeito pode influenciar na forma das partículas e gradação. O rejeito filtrado em estudo possui formato de grãos variável, com grãos angulares a esféricos e tamanhos variáveis; e
- taxas de variação do índice de vazios, que causam pequenas heterogeneidades dentro das amostras em relação a uma dada densidade relativa média, que permanecem em grande parte desconhecidas. Nas amostras do presente estudo, essa condição não foi observada, porém a possibilidade de ocorrência de segregação deve ser avaliada, com retirada de amostras em outras partes do corpo de prova em estudo para confirmação.

É possível constatar que a técnica de MT tende a formar grumos durante o processo de compactação com soquete, formando uma estrutura tida como favo de mel, em uma condição metaestável, conforme apresentado anteriormente, podendo ser melhor associada a empilhamento de rejeitos compactados. A técnica SD mostrou uniformidade e maior densificação das amostras, podendo ser aplicada para depósitos hidráulicos a depender das condições de deposição. Já a técnica WP, devido ao seu processo de sedimentação natural, também tende a formar espaços vazios devido ao arranjo das partículas, sendo mais susceptível a sofrer segregação quando se possui teor de finos na amostra. Essa última técnica, pode também ser aplicada a depósitos hidráulicos devido ao processo de sedimentação natural.

4.5.1.2

Extração de atributos microestruturais

Segundo Barreto (2021), a extração de atributos de microtomografia exige processamento digital das imagens e segmentação da fase de interesse. A segmentação foi feita em fase de poros e fases minerais quartzo, hematita e goethita, mas o foco deste trabalho se limitou a quantificar a rede de poros visíveis em microCT, devido à necessidade de se avaliar os espaços vazios gerados por cada técnica de reconstituição de amostra. A Tabela 4.8 a seguir apresenta os

resultados da segmentação executada através da técnica de *machine learning*.

Tabela 4.8 - Porcentagens volumétricas da classificação da tomografia das amostras.

| Amostra | Classificação | | | |
|-------------------------|---------------|---------|----------|----------|
| | Macroporos | Quartzo | Hematita | Goethita |
| 7623/2023 – MCT.7 (MT) | 29,82% | 65,20% | 1,99% | 2,99% |
| 7624/2023 – MCT.75 (MT) | 27,90% | 67,13% | 1,72% | 3,25% |
| 7625/2023 – MCT.8 (MT) | 24,07% | 67,71% | 3,71% | 4,50% |
| 7626/2023 – SCT.7 (SD) | 11,99% | 80,38% | 2,95% | 4,69% |
| 7627/2023 – SCT.75 (SD) | 12,33% | 74,86% | 5,92% | 6,89% |
| 7628/2023 – SCT.8 (SD) | 14,53% | 73,80% | 5,09% | 6,58% |
| 7629/2023 – PCT.7 (WP) | 27,01% | 67,63% | 3,08% | 2,27% |
| 7630/2023 – PCT.75 (WP) | 28,37% | 66,83% | 2,64% | 2,17% |
| 7631/2023 – PCT.8 (WP) | 25,19% | 69,81% | 2,08% | 2,92% |

A porosidade do solo é composta pela macroporosidade (diâmetro equivalente dos poros maior que 300 μm) e microporosidade (diâmetro equivalente dos poros menor ou igual a 300 μm) (EMBRAPA, 2017). Contudo, essa classificação pode variar podendo haver subclasses intermediárias como mesoporos e poróides, a depender do diâmetro equivalente dos poros. Na interpretação de porosimetria de mercúrio (MIP), uma escala usada consiste em microporos, que estão relacionados à fração argila ($d < 0.2\mu\text{m}$), mesoporos relacionados à fração silte ($0.2\mu\text{m} < d < 6\mu\text{m}$), e macroporos relacionados à fração areia ($d > 6\mu\text{m}$) (BS ISSO 11277:2009 *apud* Delcourt *et al*, 2022). Devido ao tamanho e resolução das amostras tomografadas, foi possível calcular apenas parte da escala de macroporos, não sendo possível quantificar a microporosidade.

Observa-se similaridade nas porcentagens volumétricas obtidos pelas técnicas de reconstituição de amostras MT (amostras 7623 a 7625) e WP (amostras 7629 a 7631). A técnica SD (amostras 7626 a 7628) indicou porcentagens volumétricas na escala de macroporos inferior, indicando que o processo de homogeneização da amostra pode de fato interferir no rearranjo de partículas e redistribuição dos poros dentro da matriz do rejeito. Tais observações são constatadas nos resultados obtidos na Figura 4.27 através da ferramenta *Trainable Weka Segmentation*, contendo a delimitação dos poros em vermelho nas amostras para cada uma das técnicas estudadas neste trabalho. Também é possível observar que, apesar da macroporosidade das técnicas MT e WP serem similares, a distribuição nos poros na técnica WP tende a ser menos uniforme, possivelmente associado ao processo de sedimentação natural das partículas.

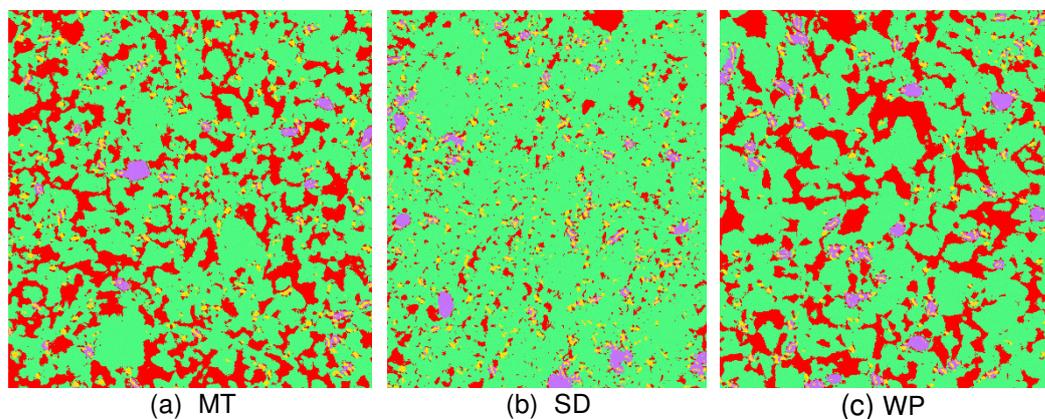


Figura 4.27 - Poros segmentados (em vermelho) - Comparação entre amostras $\epsilon = 0,7$ – Imagem nº100.

5 Conclusões e Sugestões

5.1 Conclusões

O propósito fundamental das técnicas empregadas na reconstituição de amostras visa replicar um componente de solo ou rejeito, com a finalidade de reproduzir fielmente o arranjo de partículas, o índice de vazios e, em alguns casos, o processo de formação *in-situ*. Tudo isso deve ser realizado de maneira precisa e conveniente, garantindo uniformidade e repetibilidade nos resultados obtidos.

Portanto, a dificuldade prática central reside na seleção apropriada do método de elaboração de corpos de prova em laboratório, que viabilize a produção de elementos de solo com uma estrutura análoga àquela encontrada no campo. Essa escolha torna-se crucial e é frequentemente fonte de equívocos ao se investigar o comportamento dos solos ou rejeitos não coesivos.

Buscando complementar estudos na área, o presente trabalho focou na avaliação da microestrutura de amostras de rejeito de minério de ferro filtrado por diferentes técnicas de reconstituição de amostras, buscando compreender os efeitos observados em cada uma das técnicas e como eles podem auxiliar no entendimento de divergências de comportamento encontradas na literatura e na prática da mecânica dos solos.

A análise bibliográfica realizada neste estudo evidenciou a variabilidade quanto à classificação e composição química de rejeitos de minério de ferro, principalmente influenciado pela sua origem geológica e pelo processo de beneficiamento, sendo fundamental sua caracterização física, química e mineralógica.

Quanto aos resultados da caracterização física, o rejeito apresentou curva granulométrica bem graduada, sendo classificado como uma areia siltosa não líquida e não plástica. O valor do Gs foi de 2,99 considerando o material passante na peneira #40, com variações entre 2,68 (retido na peneira #100) e 3,65 (passante na peneira #200), indicando grande influência dos finos no aumento do valor de Gs.

Quanto à classificação química, o pH das amostras encontrado foi básico, compatível com o esperado para esse tipo de material. A análise química total indicou presença de teor de óxido de ferro, sílica e teor de alumina.

Os resultados da análise mineralógica mostraram um rejeito composto basicamente de quartzo, hematita e goethita, assim como os componentes de ferro e alumínio estão na condição de óxidos e hidróxidos ou em caulinita, indicando que os resultados da análise química total e mineralogia estão coerentes entre si.

Quanto à análise microestrutural, foi possível observar através de resultados de MEV, o mineral quartzo apresenta maior granulometria, com formato isométrico (3D), variando de formato sub-arredondado a angular. Os demais constituintes, como concreções de óxidos de ferro e alumínio, possuem tamanho de partículas menores, algumas em condição livre e outras aderidas aos grãos de quartzo, com formato lamelar e angular.

Os resultados obtidos dos ensaios de microtomografia computadorizada de

raios X indicaram arranjo desorientado e macroporoso entre as técnicas de reconstituição de amostras. Essa constatação visual indica que cada técnica de reconstituição de amostra gera uma matriz de rejeito específica, observando-se similaridade microestrutural entre as técnicas MT e WP. O ensaio também apresentou uma boa repetibilidade dos métodos para análise microestrutural quando se observa os resultados visuais em 3D das 9 amostras, não sendo observada segregação de partículas ou variação de densidade ao longo do perfil da amostra. Apesar disso, a possibilidade de ocorrência dessa segregação pode ocorrer e deve ser melhor avaliada, com retirada de amostras para análise microestrutural em outras partes de um mesmo corpo de prova em estudo para confirmação.

A partir dos resultados das campanhas experimentais, foi possível observar a dificuldade em se manter as condições iniciais de índice de vazios e teor de umidade para as técnicas de SD e WP. Esse fato levanta questionamentos quanto ao controle da densidade durante a execução dos ensaios. Isso se deve a limitações das próprias técnicas, que, durante o processo de reconstituição de amostras, acrescentam água para limpeza das paredes dos aparatos, que não é previamente calculada e controlada. Para o caso do SD, há também possibilidade de perda de água e massa durante o processo de homogeneização e é importante buscar vedar ao máximo o aparato antes da execução do ensaio.

Para a técnica MT, é possível observar formação de grumos devido ao processo de compactação estática, que tendem a se manter mesmo com o aumento do índice de vazios inicial da amostra. Essa condição pode ser denominada “favo de mel” e “metaestável” segundo apresentado no trabalho de Corrêa (2018). Isso também pode estar relacionado ao teor de umidade da amostra, compactada próxima da umidade ótima do material, que gera capilaridade entre os grãos, contribuindo para o aumento de forças de contato e formação dos grumos.

Para a técnica SD, mesmo com a variação do índice de vazios e discrepâncias encontradas, observou-se uniformidade na distribuição dos grãos e contato inter-partículas para todas as amostras nos ensaios de microestrutura. Isso pode estar associado ao processo de agitação da mistura, que gera homogeneização e densificação do corpo de prova. Este fato pode ser corroborado pelas imagens segmentadas da microtomografia computadorizada, no qual notou-se distribuição uniforme entre partículas e espaços vazios. No ensaio, há também a possibilidade de perda de água e massa durante a movimentação do aparato, mesmo utilizando vedação com *O-rings* e isso também pode influenciar na variação da densidade final obtida nos resultados.

A técnica WP não apresentou distribuição de partículas e espaços vazios tão homogênea quanto a técnica SD, porém a formação de grumos foi menos pronunciada que a técnica MT, indicando, para esse material e nas condições de execução do ensaio descritas neste trabalho, ser uma técnica intermediária com relação a variações em índice de vazios e densificação das partículas. Essa condição dos espaços vazios é inerente da própria técnica, devido ao processo de sedimentação natural das partículas sem qualquer esforço de compactação.

Com base nos resultados apresentados, é possível observar diferentes arranjos de aglomerados de partículas como resultado de diferentes métodos de preparação e a forte influência do geomaterial na forma das partículas e gradação. Desta forma, é necessário se estudar como o rejeito está disposto *in-situ*, para que a melhor técnica de reconstituição de amostras seja adotada.

Neste estudo foi possível observar que a técnica MT, devido ao processo de compactação com soquete, pode melhor representar a estrutura de rejeitos filtrados e compactados em campo. A técnica SD mostrou uniformidade das amostras, podendo ser bem aplicada para depósitos hidráulicos a depender das condições de lançamento dos rejeitos. Já a técnica WP, devido ao seu processo

de sedimentação natural, também tende a formar espaços vazios devido ao arranjo das partículas, sendo mais susceptível a sofrer segregação quando se possui teor de finos na amostra, porém podendo reproduzir bem disposições hidráulicas devido ao próprio processo de sedimentação natural.

Por fim, a pesquisa buscou avaliar a microestrutura de um rejeito de minério de ferro através da matriz gerada por cada técnica de reconstituição de amostras, identificando os aspectos que podem influenciar no arranjo e distribuição dos grãos no meio e macroporosidade. O congelamento instantâneo pode preservar as características das amostras, porém cada técnica possui suas limitações e individualidades as quais foram abordadas neste trabalho, e devem ser utilizadas com cautela para definição da técnica a ser adotada em função da condição do rejeito *in-situ* para fins de comparação.

Conclui-se, finalmente, que o trabalho realizado pode fomentar um melhor direcionamento de estudos de comportamento de geomateriais não coesivos quanto à contribuição na avaliação da matriz de cada tipo de amostra reconstituída, avaliando a forma de rearranjo dos grãos e distribuição das partículas no meio por cada uma das técnicas adotadas no trabalho.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

A reconstituição de amostras em geomateriais pouco coesivos ainda é um tema em aberto que gera muitas discussões, tanto pela variação no comportamento tensão-deformação, quanto pela forma própria de rearranjo da matriz quando se compara diferentes técnicas de reconstituição de amostras.

Desta forma, aconselha-se que este estudo possa ser continuado considerando os seguintes conteúdos:

- Adaptar os aparatos de reconstituição de amostras (atualmente adequado para ensaios de resistência ao cisalhamento triaxial) para análise de microestrutura;
- Buscar um maior controle do volume de água acrescido durante a execução dos ensaios de SD e WP durante a etapa de limpeza das paredes dos aparatos (realizado com o intuito de não se perder massa durante o processo), de forma a tentar controlar melhor a densidade final do corpo de prova. Para tal, sugere-se a utilização de uma balança com alta precisão devidamente protegida e adaptada a ser utilizada durante todo o processo de preparação dos corpos de prova;
- Retirada de amostras para análise microestrutural em outras partes de um mesmo corpo de prova para confirmação da homogeneidade da distribuição das partículas e vazios ao longo do perfil da amostra;
- Estudar uma forma de se conseguir obter imagens de microtomografia computadorizada com uma maior resolução, abrangendo toda a faixa de distribuição de poros. Para isso, testes com amostras de menor tamanho devem ser feitos, porém não se esquecendo da representatividade em escala do rejeito;
- Realizar ensaios de MEV e porosimetria por intrusão de mercúrio em amostras reconstituídas. Vários trabalhos vêm adotando o uso de resinas para manter a estrutura do corpo de prova, que podem ser testadas. A viscosidade das mesmas também deve ser analisada e sua influência nestes ensaios;
- Extrair amostras de rejeito congeladas para comparação com o tecido

in-situ, buscando identificar qual técnica consegue reproduzir melhor a condição real de disposição do rejeito no meio.

6 Referências Bibliográficas

ABREU, I.C. E. A. XVIII Brazilian Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering - COBRAMSEG. **Slurry Deposition Method For Reconstituting Specimens in Triaxial and Consolidation Tests**, 2016.

AHMADI-NAGHADEH, R.; TOKER, N. K. Geotech. Test. J. 42. **A New Isotropic Specimen Preparation Method from Slurry for both Saturated and Unsaturated Triaxial Testing of a Low-Plasticity Silt**, 2018.

ANDRADE, W. F. D. Beneficiamento de Minério de Ferro. Graduação em Engenharia de Minas da Faculdade Presidente Antônio Carlos. **A importância da caracterização tecnológica na definição de rota de processo**, Conselheiro Lafaiete, Minas Gerais, 2018.

ANTUNES, F.S. E. A. Vol 38. Anuário do Instituto de geociências da Universidade Federal do Rio de Janeiro. **Solos: Subsidio para estudos de geologia de engenharia**, Rio de Janeiro, 2015.

ARAÚJO, C. B. Dissertação de mestrado, COPPE/UFRJ. **Contribuição ao estudo do comportamento de barragens de rejeito de mineração de Ferro**, Rio de Janeiro, 2006.

ARISTIMUNHO, P. B.; BERTOCINI, S. R. Revista IBRACON de Estruturas e Materiais. **Application of iron ore mud in powder form in posartland cement presence**, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6459: Determinação do limite de liquidez**, Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7180: Determinação do limite de plasticidade**, Rio de Janeiro, 1984.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12004: Determinação do índice de vazios máximo de solos não coesivos**, Rio de Janeiro, 1990.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6508: Massa específica dos grãos**, Rio de Janeiro, 2017a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7181: Solo - Análise granulométrica**, Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16843: Solo - Determinação do índice de vazios mínimo de solos não coesivos**, Rio de Janeiro, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502: Solos e Rochas - terminologia**, Rio de Janeiro, 2022.

BARRETO, E. C. G. Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. **Caracterização física, química, mineralógica e micromorfológica do solo mole do Porto de Santana no Amapá**, Rio de Janeiro, 2015.

BARRETO, E.C. G. Tese de Doutorado - Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. **Avaliação da influência da presença de microfósseis de diatomáceas no desenvolvimento de argilas de alta sensibilidade**, Rio de Janeiro, 2021.

BEEN, K.; JEFFERIES, M. G.; HACHEY, J. Géotechnique 42, No. 4, 655–663, <https://doi.org/10.1680/geot.1992.42.4.655>. **Discussion: the critical state of sands**, 1992.

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

BHATIA, S.K.; SOLIMAN, A. F. Soil and Foundations, Vol.30, N1. **Frequency distribution of void ratio of granular materials determined by an imagem analyzer**, 1990.

BISHOP, A. Q.; HENKEL, D. J. **The measurement of soil properties in the triaxial test**, 1962.

BRADSHAW, A. S.; BAXTER, C. D. P. Geotech. Test. J. 30, No. 4, 324–332. **Sample preparation of silts for liquefaction testing**, 2007.

BRANT, F.A.C. Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. **Propriedades físicas, químicas, mineralógicas e mecânicas de um perfil de solo residual basáltico localizado em um corte da ferrovia Norte-Sul, no estado de Tocantins**, Rio de Janeiro, 2005.

BRUSCHI, G.J. E. A. Mining, <https://doi.org/10.3390/>. **Mechanical and Microstructural Response of Iron Ore Tailings under Low and High Pressures Considering a Wide Range of Molding Characteristics**, 2023.

CARRARO, A. H.; PREZZI, M. Geotechnical Testing Journal 31 (1). **A New Slurry-Based Method of Preparation of Specimens of Sand Containing Fines**, 2008.

CARRARO, J.A.; PREZZI, M. Geotechnical Testing Journal, Vol. 31, No. 1. **A New Slurry-Based Method of Preparation of Specimens of Sand Containing Fines**, 2007.

CARVALHO, T. M. O. Tese de Doutorado - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. 401 p. **Desenvolvimento de um sistema de medição de variação de volume total de amostras não saturadas em ensaios triaxiais e avaliação da influência da técnica de saturação no comportamento tensão-deformação- resistência de solos residuais**, Rio de Janeiro, 2012.

CASAGRANDE, A. Argentina 5th Pan-American, p.81-133. **Liquefaction and cyclic deformation of sands - a critical review**, 1979.

CASTRO, G. Ph.D. Thesis, Harvard University. **Liquefaction of Sands**, Cambridge, MA, 1969.

CHANG, N, H. G. A. C. C. The Effect of Fabric on the Behav-iour of Gold Tailings.. In: _____ **Géotechnique 61 (3)**. [S.l.]: [s.n.], 2011.

CHANG, N. G.; HEYMANN, G.; CLAYTON, C. **Géotechnique 61: 187–197. The effect of fabric on the behaviour of gold tailings**, 2011.

CORRÊA, M. M. Dissertação de Mestrado, UFOP. **Impacto da reconstituição de Amostras de laboratório na avaliação do potencial de liquefação em depósitos de rejeito**, Ouro Preto, 2018.

CUBRINOVSKI, M.; ISHIHARA, K. Soils and foundations, Japanese Geotechnical Society, Vol.42, nº 6. **Maximum and Minimum void ratio characteristics of sands**, 2002.

CULLITY, B.D.; STOCK, S.R. 3ª ed. **Elements of X-Ray Diffraction**, Foxboro, Prentice Hall, 2001.

DANA, J. D. Livros Técnicos e Científicos, v.1, p.303-342. **Manual de mineralogia**, Rio de Janeiro, 1976.

DELCOURT, R. T. Tese de Doutorado - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. **Efeitos do grau de intemperismo nas características física, química, mineralógica, micro-estrutural e de resistência de um solo residual de gnaiss facoidal**, Rio de Janeiro, 2018.

DELLA, N. E. A. The Chinese Society of Theoretical and Applied Mechanics and Springer, DOI 10.1007/s10409-011-0462-8. **Influence of specimen-reconstituting method on the undrained response of loose granular soil**

under static loading, 2010.

DOMINGUEZ-QUINTANS, C. E. A. E3S Web Conf.92,02010. **Quality assessment of a new in-mould slurry deposition method for tri-axial specimen reconstitution of clean and silty sands**, 2019.

DONAHUE, J. L.; BRAY, J. D.; RIEMER, M. F. Department of Civil and Environmental Engineering, University of California. **Liquefaction susceptibility, resistance, and response of silty and clayey soils**, Berkeley, CA, USA, 2008.

DONALDSON, G. W. International Society for Soil Mechanics and Geotechnical Engineering. **The effects of capillary action on the consolidation and shear strength of silt in a hydraulic fill dam**, 1965.

EMBRAPA. 3ª edição revista e ampliada. **Manual de métodos de análise de solo**, Brasília, DF, 2017.

FIGUEIREDO, M. M. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 118 p. **Estudo de metodologias alternativas de disposição de rejeitos para a mineração Casa de Pedra – Congonhas/MG**, 2007.

FREIRE, A. S. Dissertação de Mestrado, Núcleo de Geotecnia da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto. **Influência do teor de finos no comportamento geomecânico de um rejeito de minério de ferro do quadrilátero ferrífero**, 2022.

FROST, J. D. E. A. KSCE Journal of Civil Engineering. DOI 10.1007/s12205-019-0713-y. **Quantitative analysis of microstructure properties and their influence**, 2019.

GEORGIANNOU, V N. PhD Thesis. **The behaviour of clayey sands under monotonic and cy-clc loading**, 1988.

GILLOTT, J. E. Journal of sedimentary petrology. **Study of the fabric of fine-grained sediments with the scanning electron microscope**, Ottawa, Canadá, 1969.

GOMES, M. A. Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto. **Caracterização tecnológica de rejeito de minério de ferro**, Ouro Preto, MG, 2011.

HOEG, K.; DYVIK, R.; SANDBÆKKEN, G. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering 126 (7). **Strength of Undisturbed versus Reconstituted Silt and Silty Sand Specimens**, 2000.

IBAÑEZ, J. P. Tese de Doutorado - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 394p. **Modelagem Micromecânica Discreta de Solos Residuais**, Rio de Janeiro, 2008.

ISHIHARA, K.; SODEKAWA, M.; TANAKA, Y. Dynamic Geotechnical Testing, ASTM. 246–264 p. **Effects of Overconsolidation on Liquefaction Characteristics of Sands Containing Fines**, West Conshohocken, PA, 1978.

JEFFERIES, M.; BEEN, K. CRC press. **Soil liquefaction: a critical state approach**, New York, 2015.

KHALILI, A. & W. D. New slurry displacement method for reconstitution of highly gap-graded specimens for laboratory element testing. **Geotechnical Testing Journal**, p. 424-432, 2008.

KLEIN, C.; HURLBUT, C. S. J. John Wiley & Sons. **Manual of Mineralogy: (after James D. Dana)**, New York, 1985.

KODICHERLA, S. P. K. E. A. Cogent Engineering, DOI: 10.1080/23311916.2018.1533363. **Effects of preparation methods on inherent fabric anisotropy and packing density of reconstituted sand**, 2018.

KUERBIS, R.; VAID, Y. P. Soils Found., Vol. 28, No. (4). 107–118 p. **Sand Sample preparation—The Slurry Deposition Method**, 1988.

LADD, R. S. J. Geotech. Engrg.No. GT6, 535– 547. **Specimen Preparation and Cyclic Stability of Sands**, 1977.

LADD, R. S. Geotech. Test. J., Vol.1, p. 16–23. **Preparing Test Specimens**

Using Undercompaction, 1978.

LADE, P.V.; LIGGIO, C.D,JR.; YAMAMURO, J.A. *Geotechnical Testing Journal*, Vol 21, N4. **Effects of Non-Plastic Fines on Minimum and Maximum Void Ratios of Sand**, 1998.

LAGIOIA, R.; SANZENI, A.; COLLESELI, F. *Soils And Foundations*. Vol. 46, No. 1, 61-67, Japanese Geotechnical Society. **Air, water and vacuum pluviation of sand specimens for the triaxial apparatus**, 2006.

LI, W.; COOP, M.R. *Can. Geotech. J.* 56, 420–435. **Mechanical behaviour of Panzihua iron tailings**, 2018.

LOPES, M. M. Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília. **Análise mecânica e microestrutural de um rejeito de minério de ferro ultrafino estabilizado com solução polimérica**, 2022.

LUPINI, J.F.; HIGHT, D. W.; CAVOUNIDIS, S. *Associazione Geotecnica Italiana*. **Some observations of microfabric and their role in understanding soil behaviour**, Roma, 1980.

LUZ, A. B.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. CETEM/MCT, 5 ed. **Tratamento de minérios**, 2010.

MAHMOOD, A; MITCHELL, J. K. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 22, No. 516. **Fabric-property relationships in fine granular materials**, 1974.

MASAD, E.; MUHUNTHAN, B. *Journal Of Geotechnical And Geoenvironmental Engineering*. **Three-Dimensional characterization and simulation of anisotropic soil fabric**, 2000.

MENDES, L. S. Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 141 p. **Caracterização físico-química, mineralógica e estrutural de uma argila variegada da Amazônia BR**, Rio de Janeiro, 2023.

MENDO, CONSULTORIA J. Contrato Nº 48000.003155/2007-17: Desenvolvimento de estudos para elaboração do plano duodecenal (2010-2023) de geologia, mineração e transformação mineral, Agosto 2009. Disponível em: http://www.jmendo.com.br/wp-content/uploads/2011/08/P09_RT18_Perfil_da_Mineração_de_Ferro.pdf. Acesso em: 23 Agosto 2023.

MILONAS, J.G. Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília. **Análise do processo de reconstituição de amostras para caracterização do comportamento de barragens de rejeitos de minério de ferro em aterro hidráulico**, Brasília, DF, 2006.

MITCHELL, J.K.; SOGA, K. 3. ed. ISBN: 978-0-471-46302-3. **Fundamentals of soil behavior**, 2005.

MOTA, M.F.B. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. **Caracterização físico-hídrico-estrutural e efeito do aumento da pressão de arna resistência de solos tropicais não saturados**, Rio de Janeiro, 2016.

MULILIS, J. P. E. A. *J. Geotech. Engrg. Div.*, Vol. 103, No. GT2. 91–109 p. **Effects of Sample Preparation on Sand Liquefaction**, 1977.

MULILIS, J. P.; TOWNSEND, F. C.; HORZ, R. C. ASTM STP 654, ASTM, pp. 265–279. **Triaxial Testing Techniques and Sand Liquefaction: Dynamic Geotechnical Testing**, Philadelphia, 1978.

MURTHY, T. G. L. E. A. *Géotechnique* 57 (3). **Un-drained Monotonic Response of Clean and Silty Sands**, 2007.

NEMAT-NASSER, S.; TAKAHASHI, K. *Geotech.Engrg.*, ASCE, 110(9). 1291-1306 p. **Liquefaction and fabric of sand**, 1984.

ODA, M. *Soils Found.* Vol. 12, No. 1, pp. 17–36. **Initial Fabrics and Their Relations to Mechanical Properties of Granular Material**, 1972.

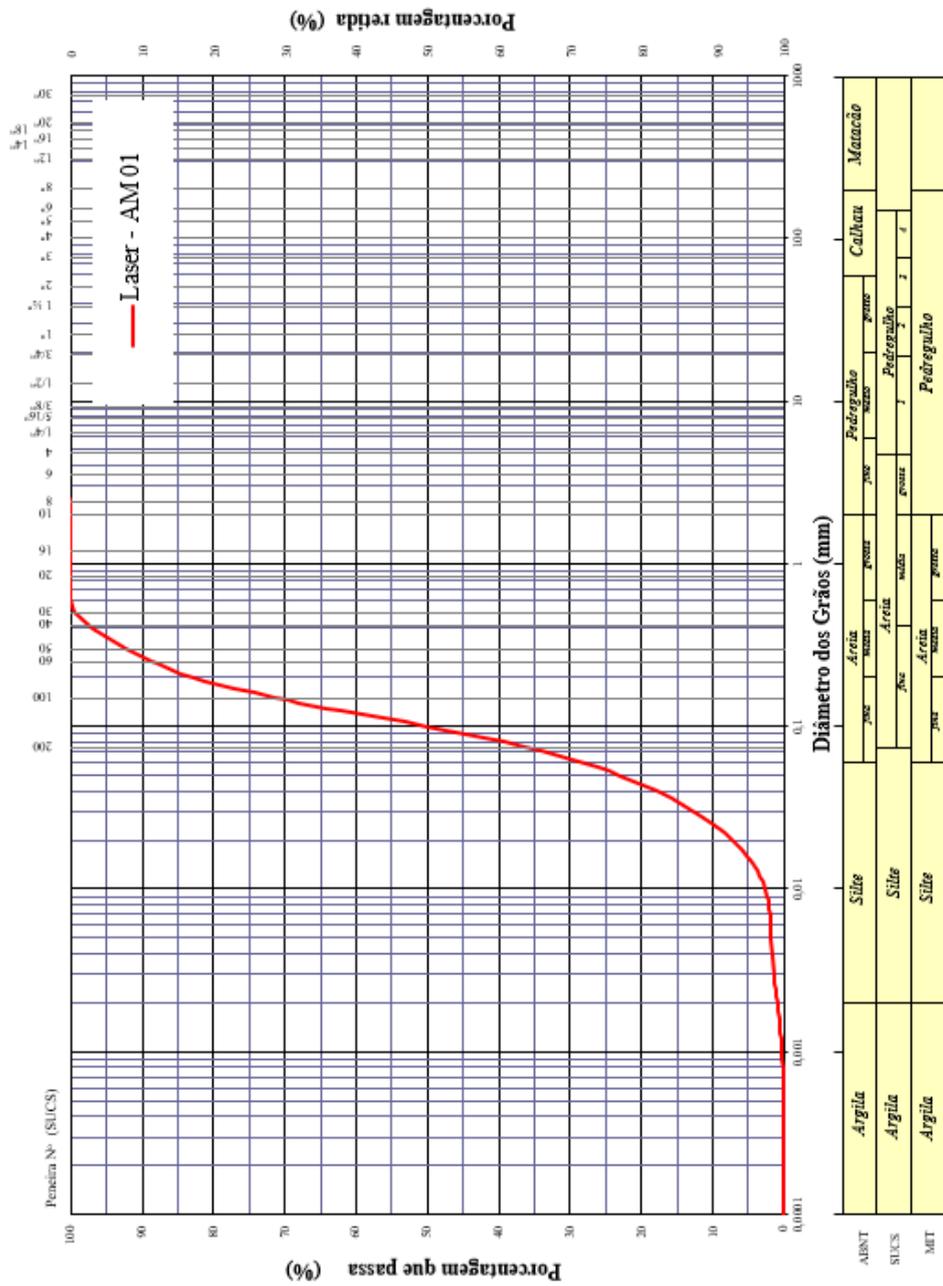
PAIVA, P.R.P. E. A. XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. **Caracterização Química e Mineralógica de Resíduos de Minério de Ferro utilizando o Método Rietveld**, Poços de Caldas-MG, 2015.

- PASSONI, S. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual de Ponta Grossa. **Microtomografia de raios X na caracterização miromorfológica de solo submetido a diferentes manejos**, Ponta Grossa, RS, 2013.
- PINTO, E. C. Rede Mercosul de Investigações Econômicas - IE-UFRJ. **A dinâmica dos recursos naturais no Mercosul na década de 2000**, 2013.
- QUINTEROS, V.S.; CARRARO, J.A.H. *Géotechnique* 73(1), 1-15. **The initial fabric of undisturbed and reconstituted fluvial sand**, 2023.
- REID, D.; FANNI, R. *Géotechnique*, DOI: 10.1680. **A comparison of intact and reconstituted samples of a silt tailings**, 2020.
- REID, D.; FANNI, R.; FOURIE, A. B. *Tailings 2022*. **Slurry deposition preparation method for tailings characterisation - history, debates, techniques and benefits**, 2022.
- REID, D.; FANNI, R.; FOURIE, A.B. *Paste 2021: 24th International Conference on Paste, Thickened and Filtered Tailings*. **Some considerations when preparing thickened tailings for shear strength testing in the laboratory from a slurry**, Australian, 2021.
- SANTOS, P.S. Edgard Blucher, 340 p. **Tecnologia das argilas, aplicada às argilas brasileiras**, São Paulo, 1975.
- SANTOS, T. G. D. Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. **Reaproveitamento De Rejeitos De Minério De Ferro E Ouro Com Base Em Uma Caracterização Tecnológica E Geoambiental**, Brasília, 2018.
- SILVA, A. L. Departamento de Engenharia Nuclear, Mestrado em Ciências e Técnicas Nucleares, Universidade Federal de Minas Gerais. **Caracterização mineralógica por Difração de raios X e determinação de terras raras por ICP-MS de rochas da região sul da Bahia**, Belo Horizonte, 2013.
- SILVA, G. P. *Revista Pesquisa Agropecuária Tropical* p 45-52. **Caracterização química, física e mineralógica de estereis e rejeito da mineração de ferro da Mina da Alegria, Mariana-MG**, 2006.
- SPARKS, D.L. Academic Publishers, 2.ed. **Environmental Soil Chemistry**, 2003.
- STEFANAKI, E. C. *Electron Microscopy: The Basics*. **Physics of Advanced Materials Winter School**, 2008.
- TELLES, A. C. M. Dissertação de Mestrado, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro. **Análise do comportamento de um rejeito de minério de ferro no estado de regime permanente**, Rio de Janeiro, 2017.
- VAID, Y. P.; NEGUSSEY, D. *Advanced Triaxial Testing of Soil and Rock*. **Preparation of Reconstituted Sand Specimens**, Philadelphia, 1988.
- VAID, Y. P.; PILLAI, S. *Geotechnique*, London, England, 42(4), 655–663. **Discussion of the 'Critical state of sand' by Been et al**, 1992.
- VAID, Y. P.; SIVATHAYALAN, S. *Can. Geotech. J.* 37, No. 3, 592–606. **Fundamental factors affecting liquefaction susceptibility of sands**, 2000.
- VAID, Y. P.; SIVATHAYALAN, S.; STEDMAN, D. *Geotech. Test. J.*, Vol. 22, No. 3, p.187–196. **Influence of Specimen-Reconstituting Method on the Undrained Response of Sand**, 1999.
- WATSON, A. H. E. A. Australian Centre for Geomechanics, Perth, 16 p. **A comparison of alternative tailings disposal methods - the promises and realities**, 2010.
- WOLFF, A. P. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Mineral) - Universidade Federal de Ouro Preto. **Caracterização de rejeitos de minério de ferro de minas da Vale**, Ouro Preto, 2009.
- WOOD, F. M.; YAMAMURO, J. A.; LADE, P. V. *Canadian Geotechnical Journal*. **Effect of depositional method on the undrained response of silty sand**, 2008.
- YAMAMURO, J.A.; WOOD, F.M.; LADE, P.V. *Canadian Geotechnical Journal*, DOI: 10.1139/T08-80. **Effect of depositional method on the**

microstructure of silty sand, 2008.

YANG, C. E. A. *Construction and Building Materials*, Volume 70, 15 November 2014, 36-42 p. **Characteristics of the fired bricks with Construction and Building Materials**, 2014.

YUSA, M.; BOWMAN, E. *European Journal of Environmental and Civil Engineering*. ISSN 2116-7214. **Analysis of the fabric of undisturbed and pluviated silty sand under load over time**, 2019.



II. Tabelas de cálculo e identificação de picos – Ensaio de DRX

| Picos identificados AM 01 - #40 | | | | | |
|---------------------------------|--------|----------------|--------|-------|-----------|
| Contagem | I (%) | 2 Θ (°) | d (nm) | d (Å) | Mineral |
| 2200 | 32,84 | 21,00 | 0,42 | 4,23 | Quartzo |
| 190 | 2,84 | 24,00 | 0,37 | 3,71 | Hematita |
| 6700 | 100,00 | 26,50 | 0,34 | 3,36 | Quartzo |
| 200 | 2,99 | 32,00 | 0,28 | 2,80 | Goethita |
| 380 | 5,67 | 33,00 | 0,27 | 2,71 | Hematita |
| 260 | 3,88 | 35,50 | 0,25 | 2,53 | Magnetita |
| 680 | 10,15 | 37,00 | 0,24 | 2,43 | Caulinita |
| 740 | 11,04 | 39,00 | 0,23 | 2,31 | |
| 400 | 5,97 | 40,00 | 0,23 | 2,25 | Goethita |
| 200 | 2,99 | 41,00 | 0,22 | 2,20 | Hematita |
| 1050 | 15,67 | 42,00 | 0,22 | 2,15 | |
| 600 | 8,96 | 46,00 | 0,20 | 1,97 | |
| 175 | 2,61 | 49,50 | 0,18 | 1,84 | Hematita |
| 1060 | 15,82 | 50,00 | 0,18 | 1,82 | |
| 230 | 3,43 | 54,00 | 0,17 | 1,70 | Hematita |
| 270 | 4,03 | 55,00 | 0,17 | 1,67 | Caulinita |
| 190 | 2,84 | 55,00 | 0,17 | 1,67 | Caulinita |
| 70 | 1,04 | 57,50 | 0,16 | 1,60 | Hematita |
| 870 | 12,99 | 60,00 | 0,15 | 1,54 | |
| 120 | 1,79 | 62,50 | 0,15 | 1,49 | Magnetita |
| 380 | 5,67 | 64,00 | 0,15 | 1,45 | Hematita |
| 100 | 1,49 | 66,00 | 0,14 | 1,41 | Goethita |
| 525 | 7,84 | 67,50 | 0,14 | 1,39 | |
| 490 | 7,31 | 68,50 | 0,14 | 1,37 | |
| 60 | 0,90 | 70,00 | 0,13 | 1,34 | |
| 70 | 1,04 | 72,00 | 0,13 | 1,31 | Hematita |
| 70 | 1,04 | 73,80 | 0,13 | 1,28 | Magnetita |
| 140 | 2,09 | 75,50 | 0,13 | 1,26 | Magnetita |
| 140 | 2,09 | 77,50 | 0,12 | 1,23 | |
| 200 | 2,99 | 80,00 | 0,12 | 1,20 | |
| 410 | 6,12 | 82,00 | 0,12 | 1,17 | |
| 110 | 1,64 | 83,00 | 0,12 | 1,16 | |
| 360 | 5,37 | 84,00 | 0,12 | 1,15 | |
| 80 | 1,19 | 85,00 | 0,11 | 1,14 | |
| 70 | 1,04 | 88,50 | 0,11 | 1,10 | |

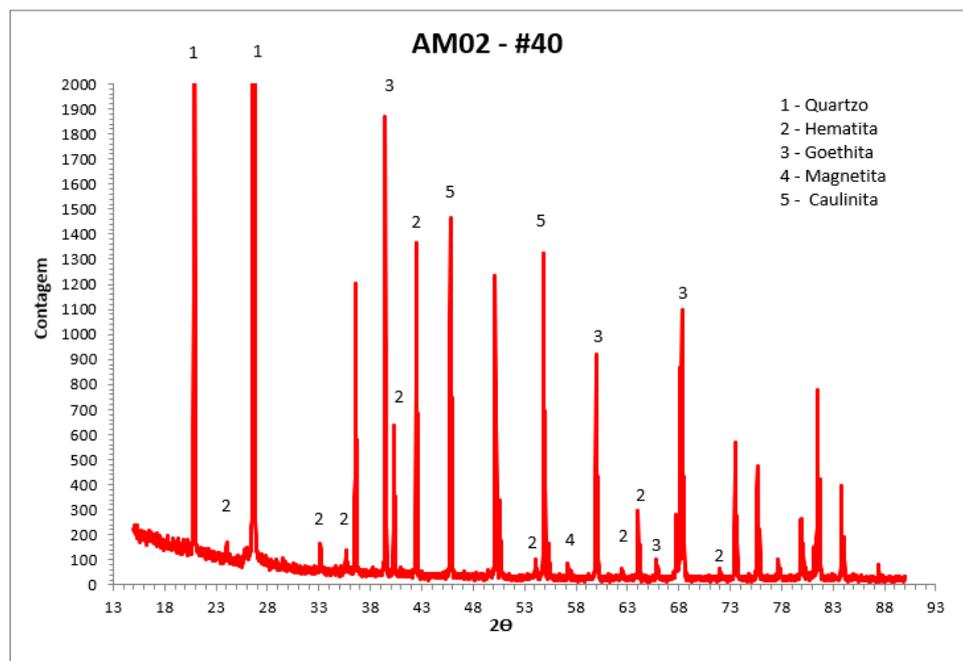
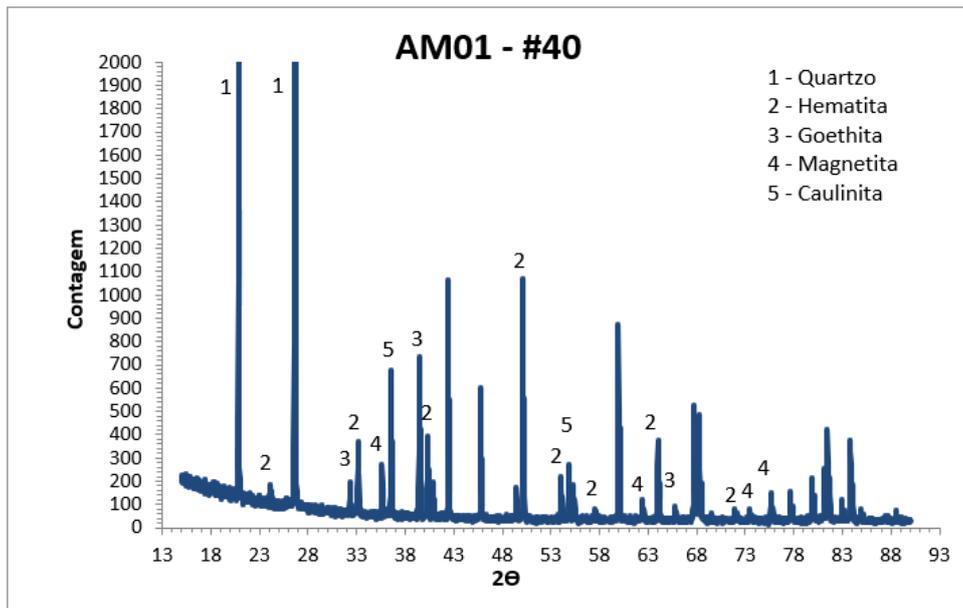
| Picos identificados AM 02 - #40 | | | | | |
|---------------------------------|--------|----------------|--------|-------|-----------|
| Contagem | I (%) | 2 Θ (°) | d (nm) | d (Å) | Mineral |
| 4700 | 70,15 | 21,00 | 0,42 | 4,23 | Quartzo |
| 160 | 2,39 | 24,00 | 0,37 | 3,71 | Hematita |
| 16350 | 244,03 | 27,00 | 0,33 | 3,30 | Quartzo |
| 160 | 2,39 | 33,00 | 0,27 | 2,71 | Hematita |
| 1200 | 17,91 | 37,50 | 0,24 | 2,40 | Hematita |
| 1850 | 27,61 | 39,50 | 0,23 | 2,28 | Goethita |
| 650 | 9,70 | 40,00 | 0,23 | 2,25 | Goethita |
| 1350 | 20,15 | 42,00 | 0,22 | 2,15 | Hematita |
| 1450 | 21,64 | 46,00 | 0,20 | 1,97 | Caulinita |
| 1240 | 18,51 | 50,00 | 0,18 | 1,82 | Hematita |
| 100 | 1,49 | 54,00 | 0,17 | 1,70 | Hematita |

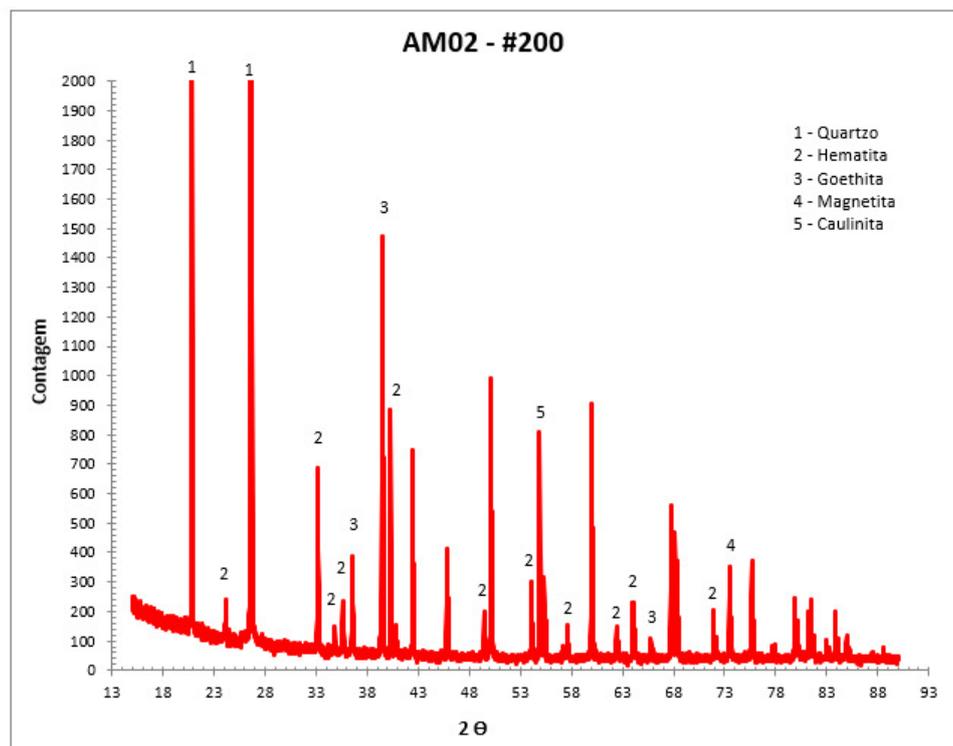
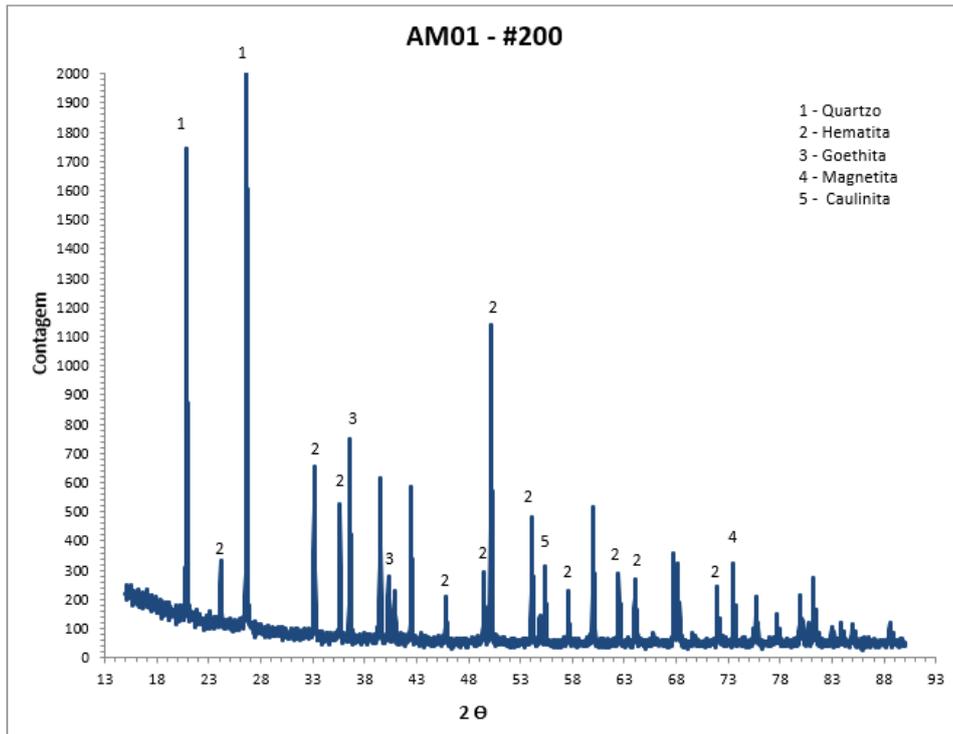
| Picos identificados AM 02 - #40 | | | | | |
|--|--------------|----------------------------------|---------------|--------------|----------------|
| Contagem | I (%) | 2 Θ (°) | d (nm) | d (Å) | Mineral |
| 1320 | 19,70 | 55,00 | 0,17 | 1,67 | Caulinita |
| 100 | 1,49 | 57,00 | 0,16 | 1,61 | Magnetita |
| 930 | 13,88 | 60,00 | 0,15 | 1,54 | Goethita |
| 60 | 0,90 | 62,00 | 0,15 | 1,50 | Hematita |
| 290 | 4,33 | 64,00 | 0,15 | 1,45 | Hematita |
| 80 | 1,19 | 66,00 | 0,14 | 1,41 | Goethita |
| 1060 | 15,82 | 68,00 | 0,14 | 1,38 | Goethita |
| 50 | 0,75 | 72,00 | 0,13 | 1,31 | Hematita |
| 550 | 8,21 | 73,50 | 0,13 | 1,29 | |
| 450 | 6,72 | 76,00 | 0,13 | 1,25 | |
| 90 | 1,34 | 78,00 | 0,12 | 1,22 | |
| 250 | 3,73 | 80,00 | 0,12 | 1,20 | |
| 750 | 11,19 | 81,50 | 0,12 | 1,18 | |
| 390 | 5,82 | 84,00 | 0,12 | 1,15 | |
| 50 | 0,75 | 87,00 | 0,11 | 1,12 | |

| Picos identificados AM 01 - #200 | | | | | |
|---|--------------|----------------------------------|---------------|--------------|----------------|
| Contagem | I (%) | 2 Θ (°) | d (nm) | d (Å) | Mineral |
| 1750 | 51,17 | 21,00 | 0,42 | 4,23 | Quartzo |
| 335 | 9,80 | 24,00 | 0,37 | 3,71 | Hematita |
| 3420 | 100,00 | 27,00 | 0,33 | 3,30 | Quartzo |
| 650 | 19,01 | 33,00 | 0,27 | 2,71 | Hematita |
| 530 | 15,50 | 36,00 | 0,25 | 2,49 | Hematita |
| 750 | 21,93 | 37,00 | 0,24 | 2,43 | Goethita |
| 610 | 17,84 | 40,00 | 0,23 | 2,25 | Goethita |
| 270 | 7,89 | 40,00 | 0,23 | 2,25 | Goethita |
| 240 | 7,02 | 41,00 | 0,22 | 2,20 | Hematita |
| 590 | 17,25 | 42,00 | 0,22 | 2,15 | |
| 200 | 5,85 | 46,00 | 0,20 | 1,97 | |
| 300 | 8,77 | 49,50 | 0,18 | 1,84 | Hematita |
| 1150 | 33,63 | 50,00 | 0,18 | 1,82 | Hematita |
| 475 | 13,89 | 54,00 | 0,17 | 1,70 | Hematita |
| 300 | 8,77 | 55,00 | 0,17 | 1,67 | Caulinita |
| 230 | 6,73 | 58,00 | 0,16 | 1,59 | Hematita |
| 500 | 14,62 | 60,00 | 0,15 | 1,54 | |
| 290 | 8,48 | 62,00 | 0,15 | 1,50 | Hematita |
| 260 | 7,60 | 64,00 | 0,15 | 1,45 | Hematita |
| 360 | 10,53 | 68,00 | 0,14 | 1,38 | |
| 240 | 7,02 | 72,00 | 0,13 | 1,31 | Hematita |
| 330 | 9,65 | 74,00 | 0,13 | 1,28 | Magnetita |
| 210 | 6,14 | 75,00 | 0,13 | 1,27 | |
| 150 | 4,39 | 78,00 | 0,12 | 1,22 | |
| 220 | 6,43 | 80,00 | 0,12 | 1,20 | |
| 280 | 8,19 | 81,00 | 0,12 | 1,19 | |
| 100 | 2,92 | 83,00 | 0,12 | 1,16 | |
| 110 | 3,22 | 84,00 | 0,12 | 1,15 | |
| 105 | 3,07 | 85,00 | 0,11 | 1,14 | |
| 110 | 3,22 | 87,50 | 0,11 | 1,11 | |

| Picos identificados AM 02 - #200 | | | | | |
|---|--------------|----------------------------------|---------------|--------------|----------------|
| Contagem | I (%) | 2 Θ (°) | d (nm) | d (Å) | Mineral |
| 2400 | 70,18 | 21,00 | 0,42 | 4,23 | Quartzo |
| 250 | 7,31 | 24,00 | 0,37 | 3,71 | Hematita |
| 11300 | 330,41 | 26,50 | 0,34 | 3,36 | Quartzo |
| 680 | 19,88 | 33,00 | 0,27 | 2,71 | Hematita |
| 150 | 4,39 | 35,00 | 0,26 | 2,56 | Hematita |
| 240 | 7,02 | 36,00 | 0,25 | 2,49 | Hematita |
| 400 | 11,70 | 36,50 | 0,25 | 2,46 | Goethita |
| 1480 | 43,27 | 39,50 | 0,23 | 2,28 | Goethita |
| 880 | 25,73 | 40,50 | 0,22 | 2,23 | Hematita |
| 750 | 21,93 | 42,00 | 0,22 | 2,15 | |
| 410 | 11,99 | 46,00 | 0,20 | 1,97 | |
| 200 | 5,85 | 49,50 | 0,18 | 1,84 | Hematita |
| 980 | 28,65 | 50,00 | 0,18 | 1,82 | |
| 300 | 8,77 | 54,00 | 0,17 | 1,70 | Hematita |
| 800 | 23,39 | 55,00 | 0,17 | 1,67 | Caulinita |
| 150 | 4,39 | 57,50 | 0,16 | 1,60 | Hematita |
| 900 | 26,32 | 60,00 | 0,15 | 1,54 | |
| 150 | 4,39 | 62,00 | 0,15 | 1,50 | Hematita |
| 240 | 7,02 | 64,00 | 0,15 | 1,45 | Hematita |
| 100 | 2,92 | 66,00 | 0,14 | 1,41 | Goethita |
| 550 | 16,08 | 68,00 | 0,14 | 1,38 | |
| 200 | 5,85 | 72,00 | 0,13 | 1,31 | Hematita |
| 350 | 10,23 | 73,50 | 0,13 | 1,29 | Magnetita |
| 375 | 10,96 | 76,00 | 0,13 | 1,25 | |
| 80 | 2,34 | 78,00 | 0,12 | 1,22 | |
| 240 | 7,02 | 80,00 | 0,12 | 1,20 | |
| 235 | 6,87 | 81,00 | 0,12 | 1,19 | |
| 100 | 2,92 | 83,00 | 0,12 | 1,16 | |
| 190 | 5,56 | 84,00 | 0,12 | 1,15 | |
| 100 | 2,92 | 85,00 | 0,11 | 1,14 | |

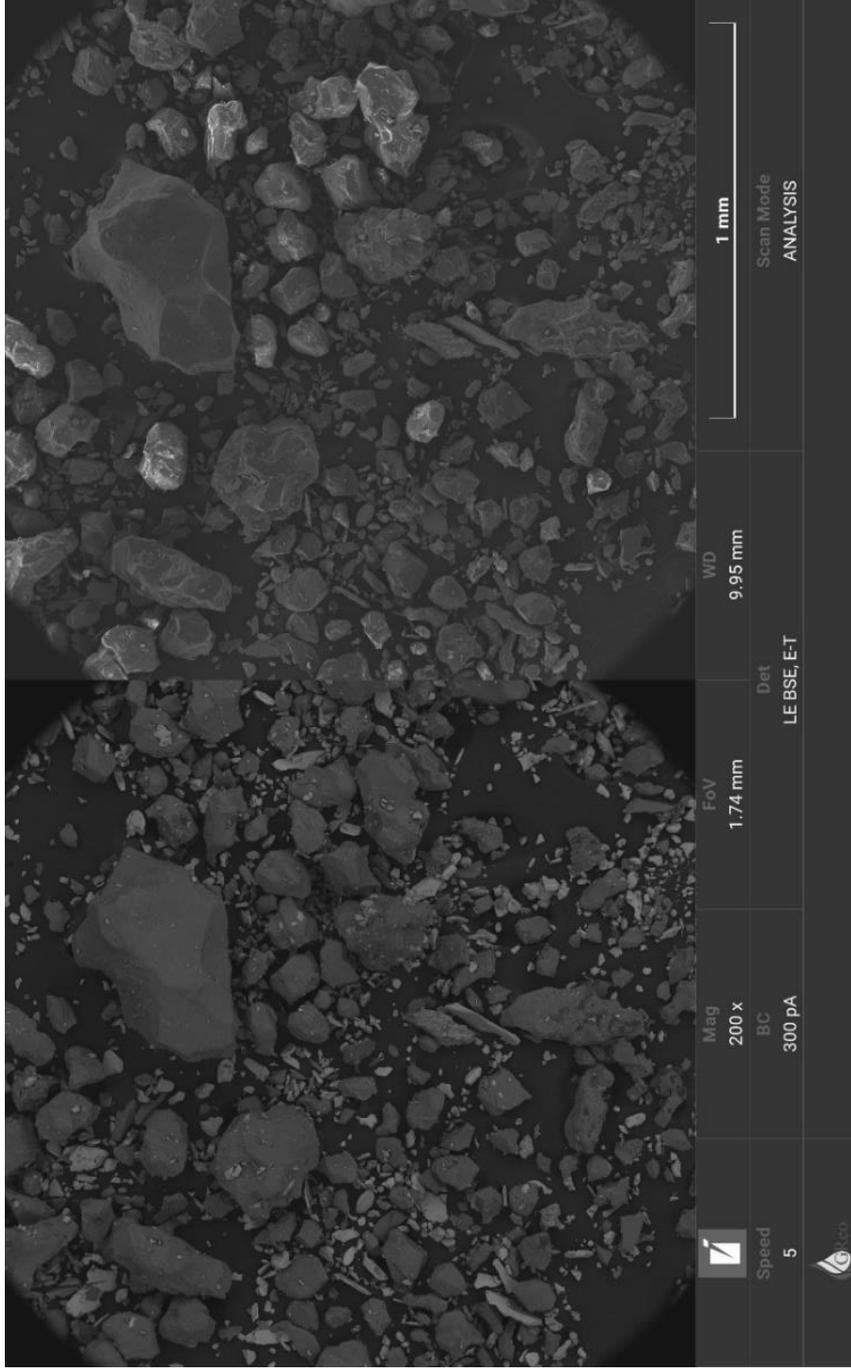
III. Gráficos individuais de difratograma de Raio-X

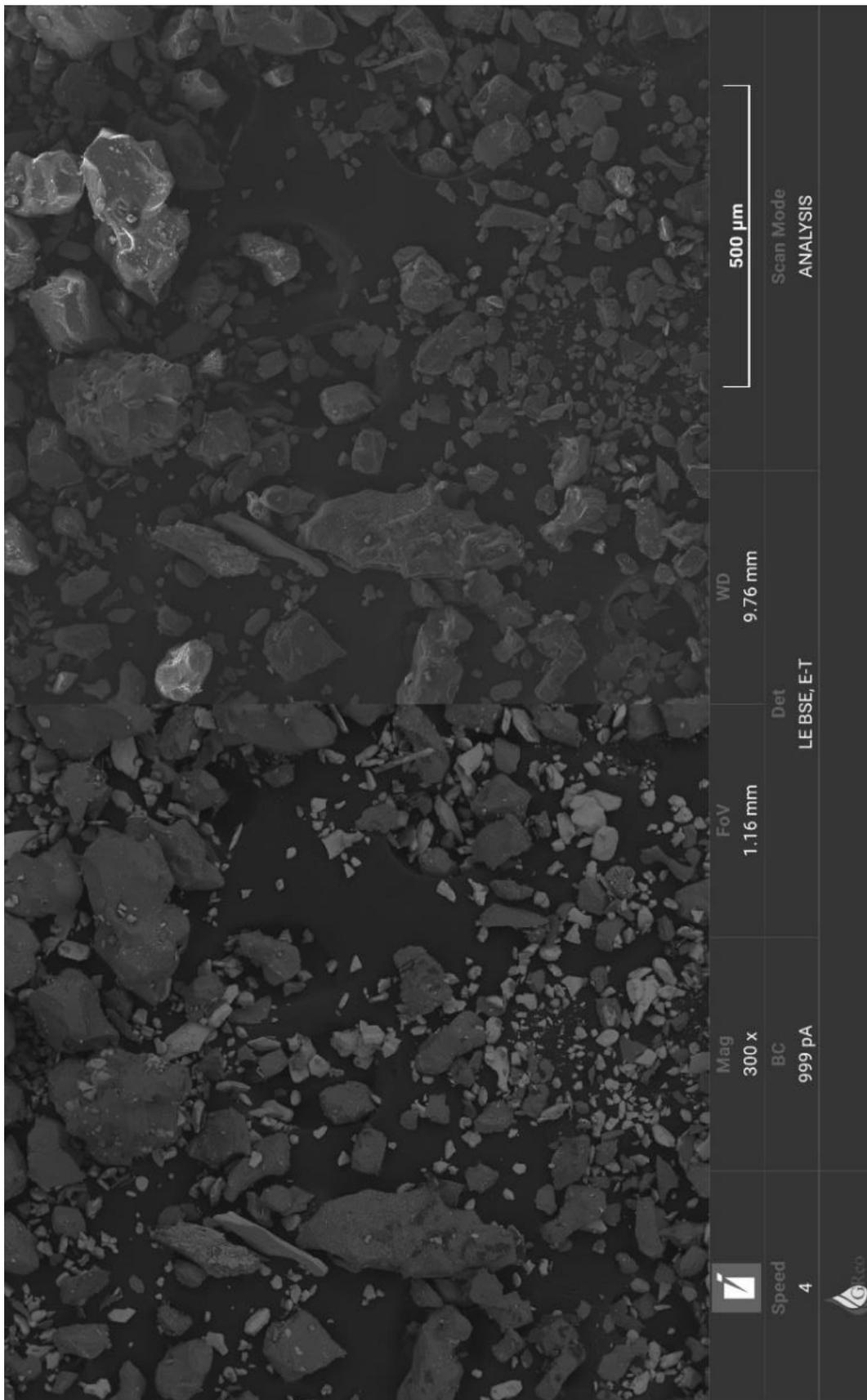


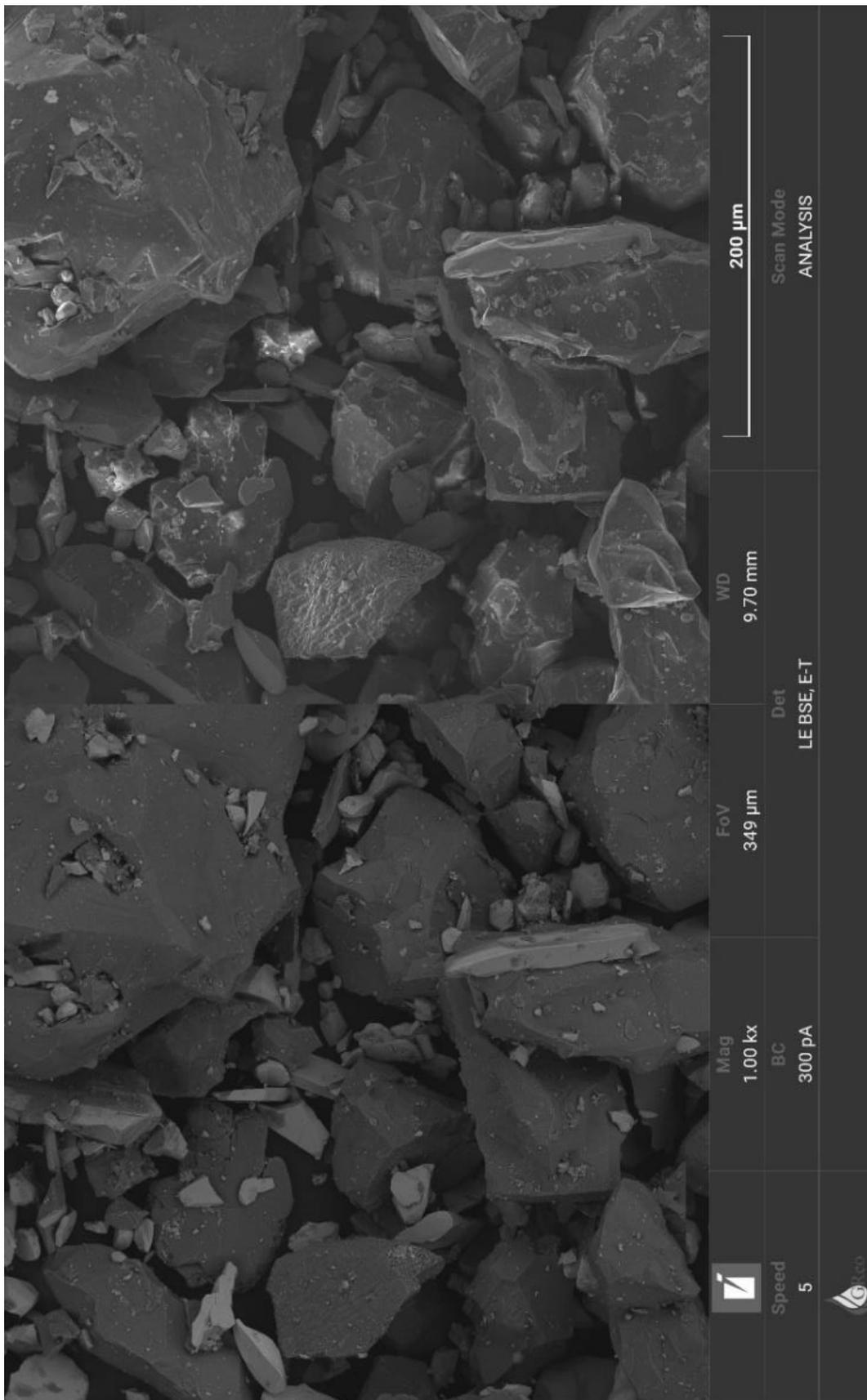


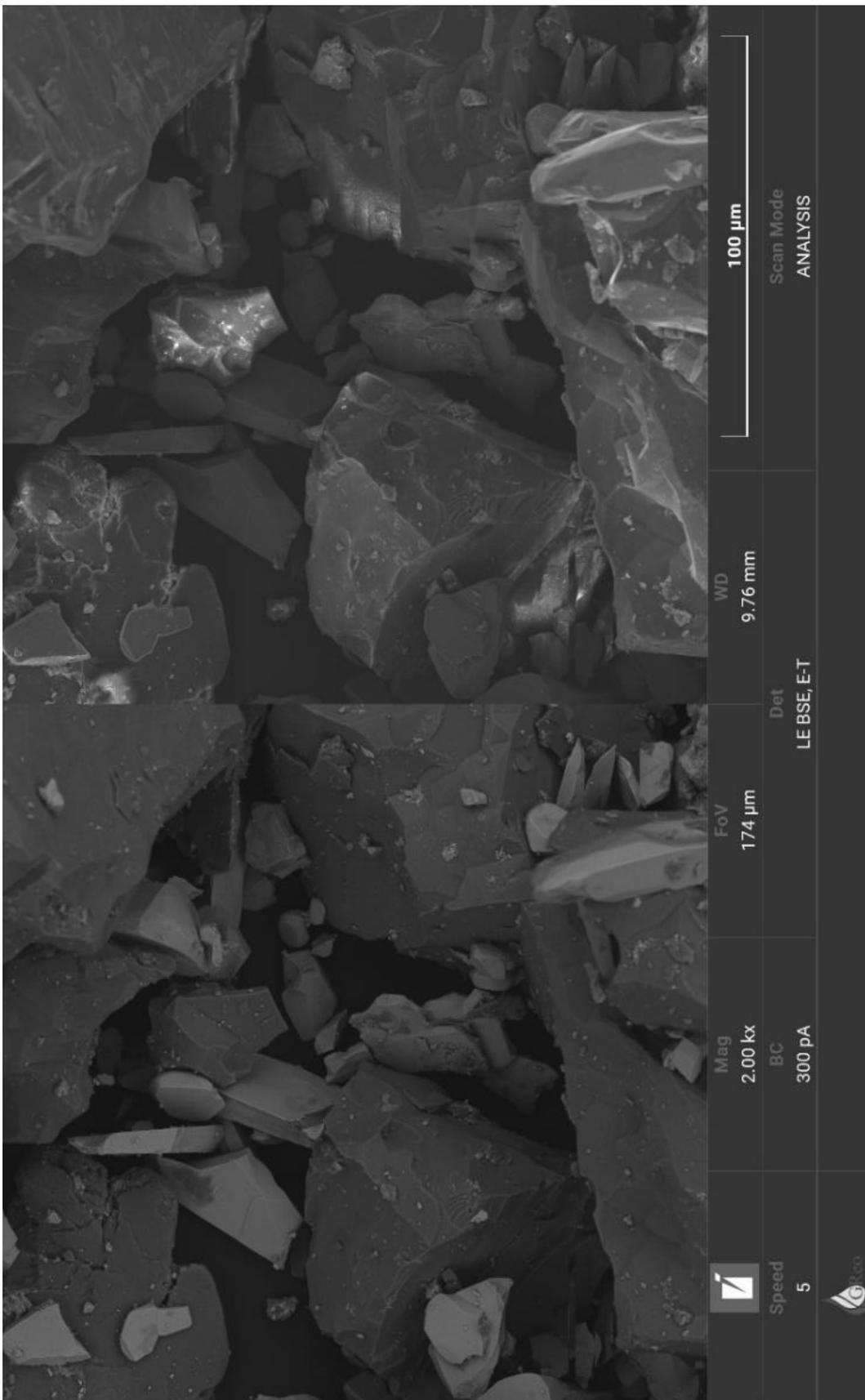
IV. Microtomografias de MEV em diferentes faixas de ampliação

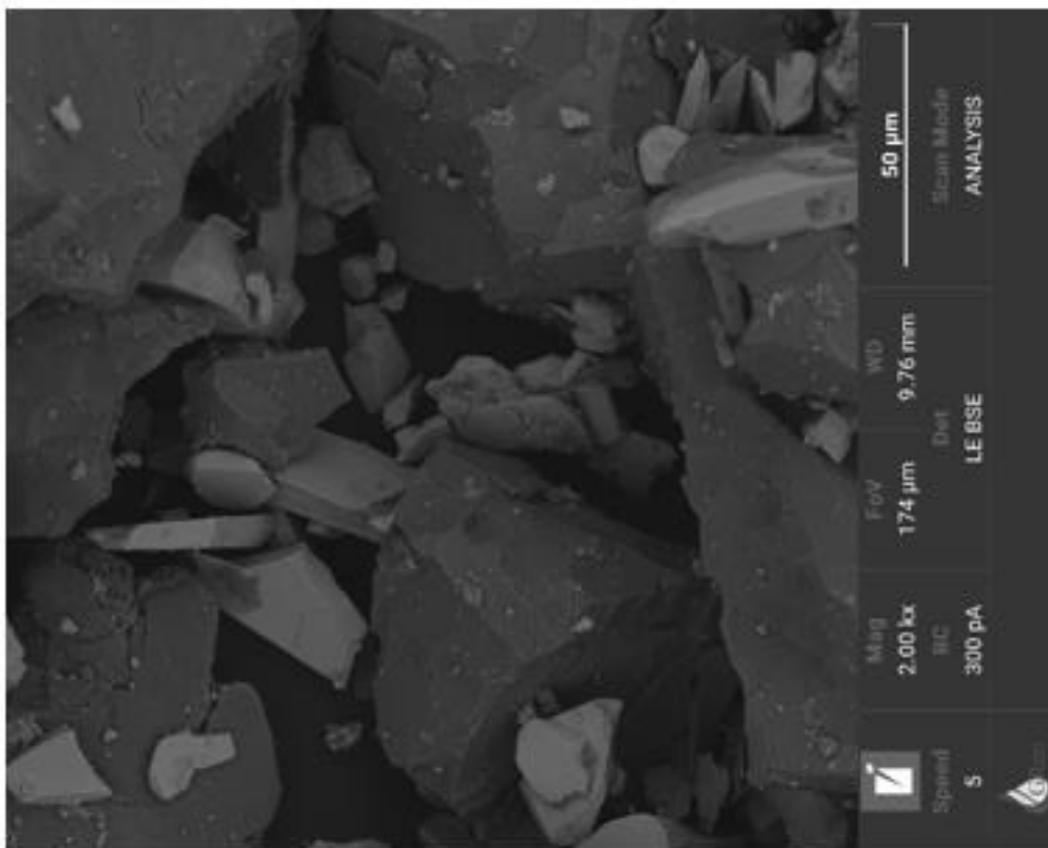
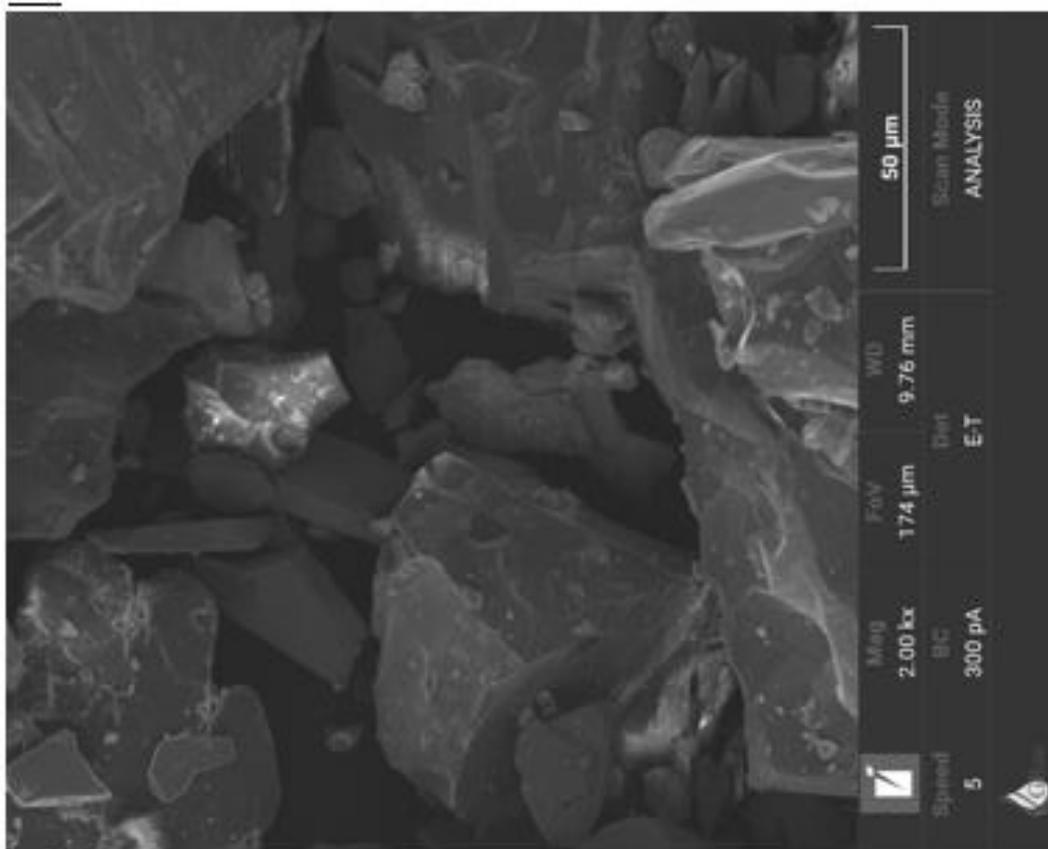
Amostra 1



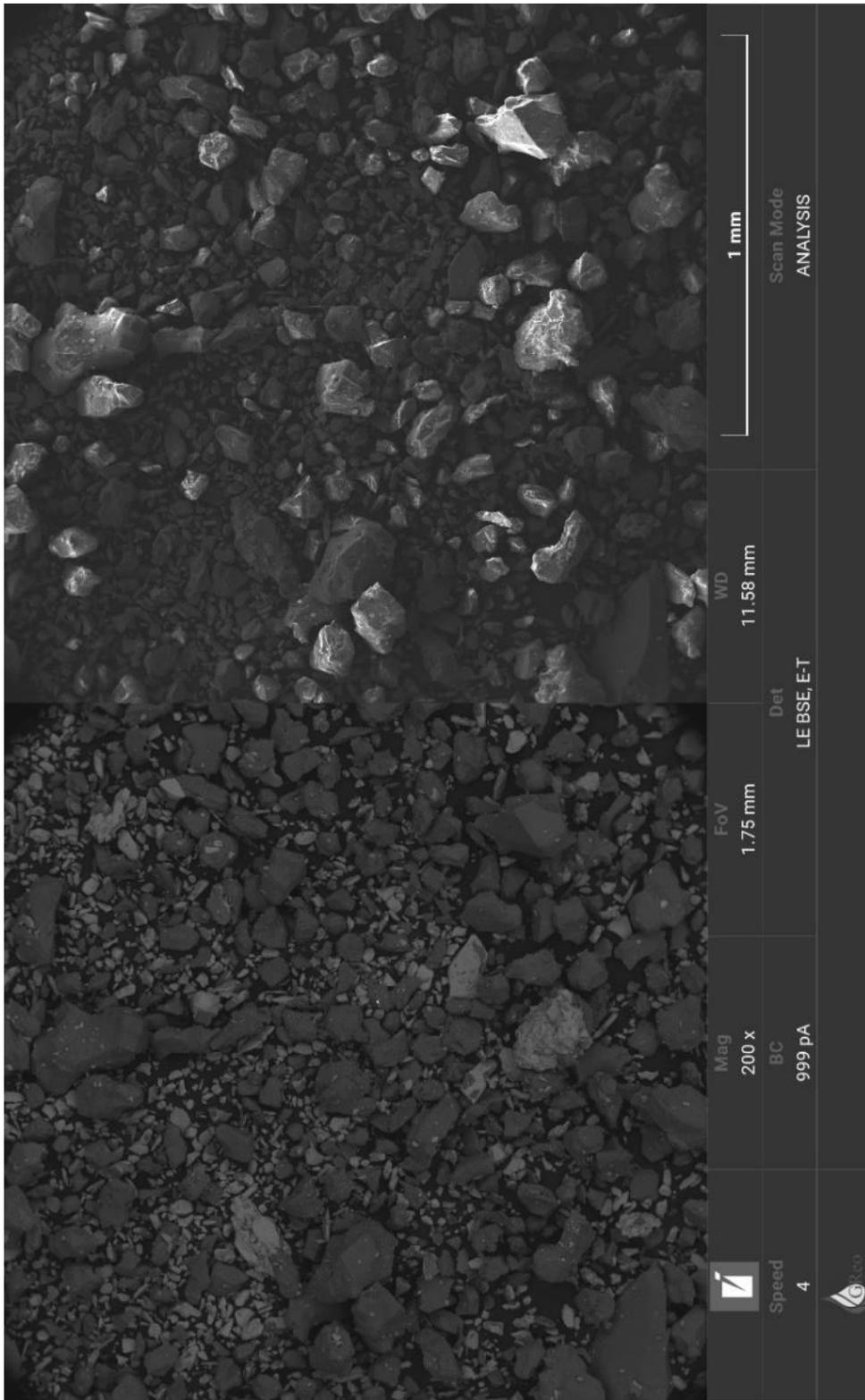


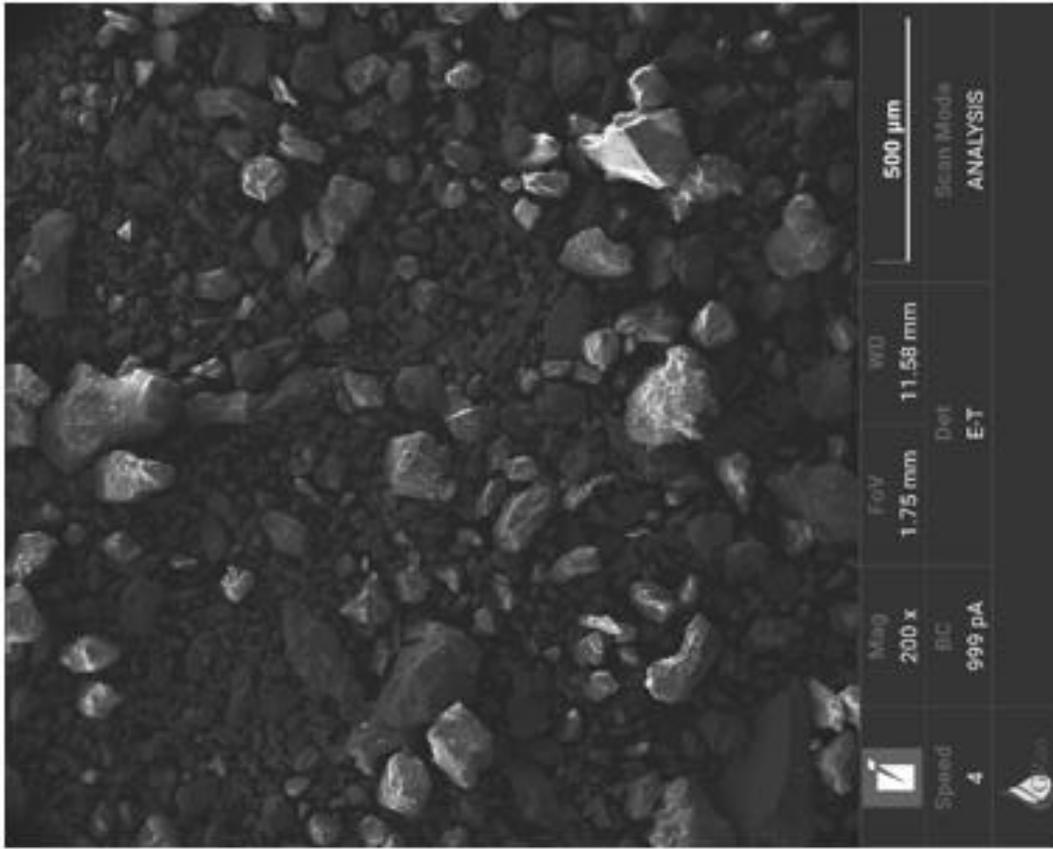
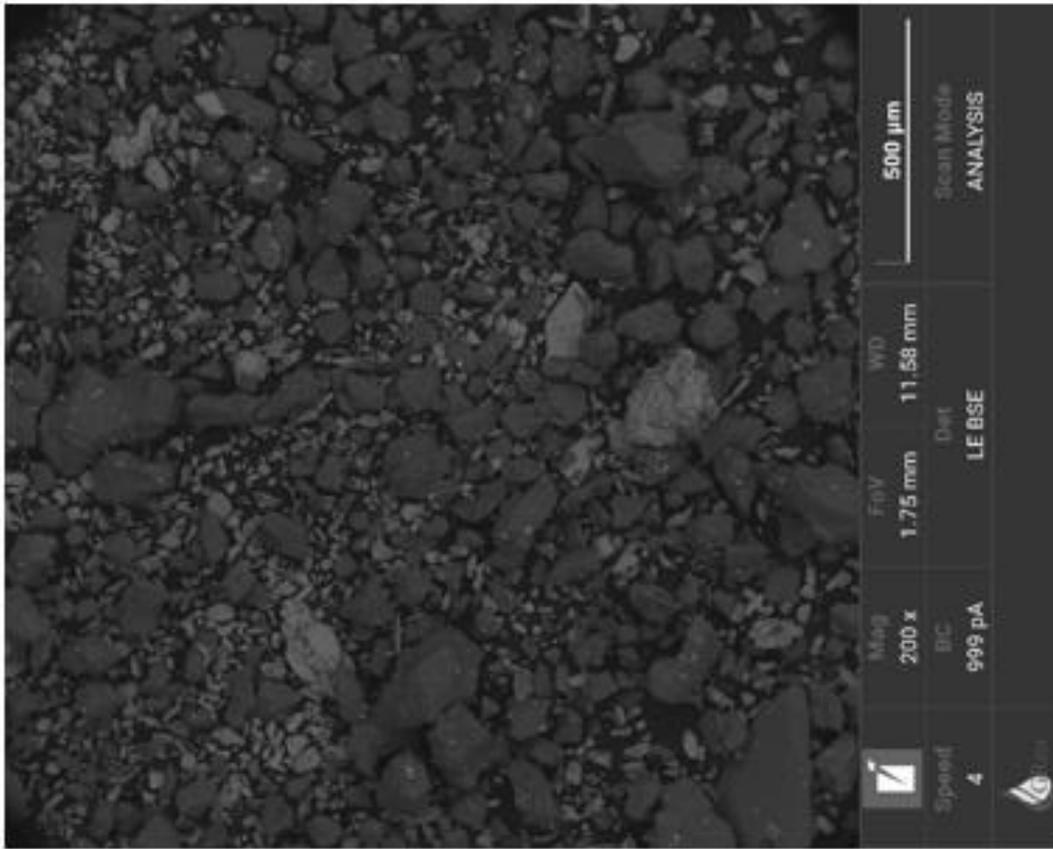


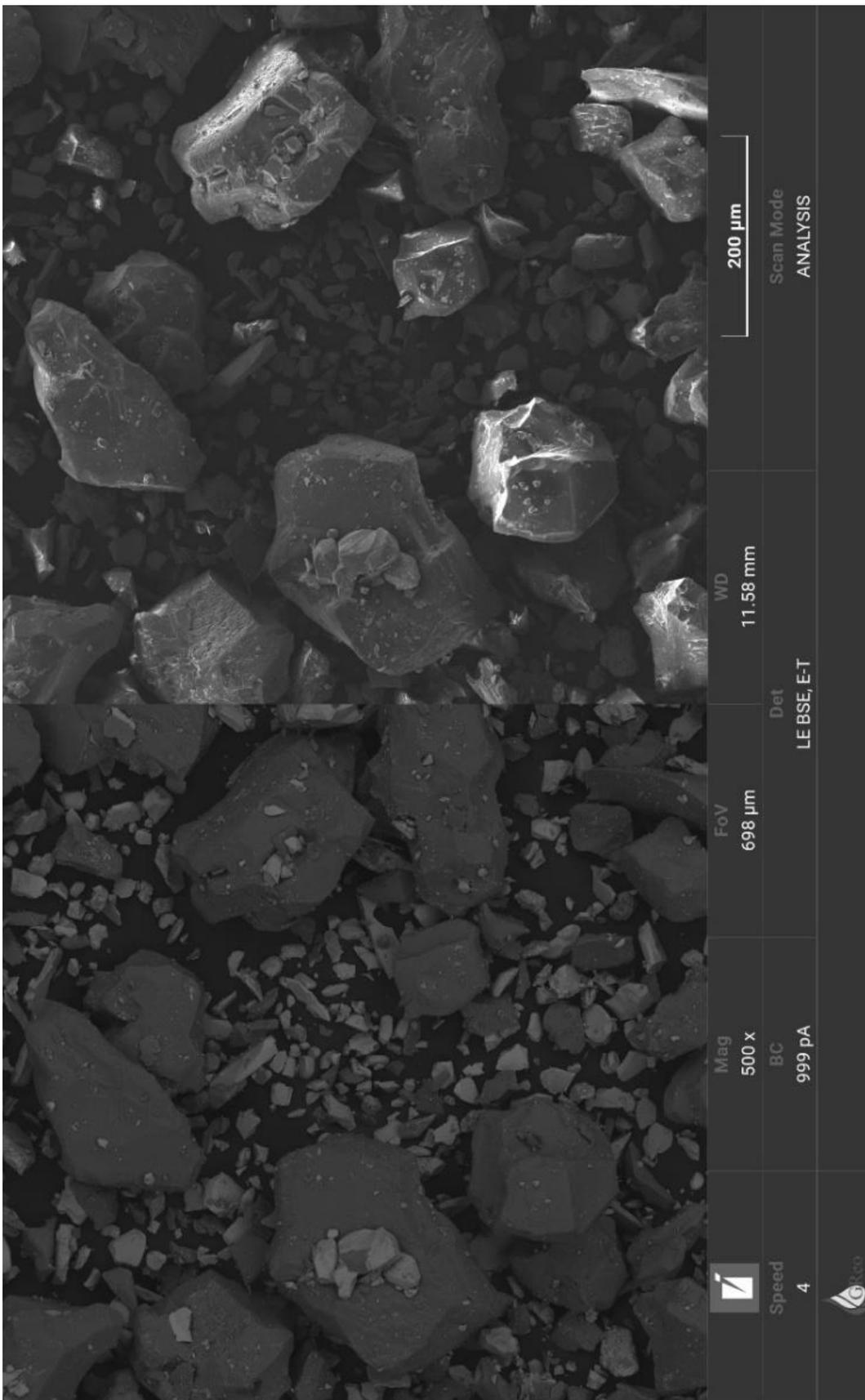


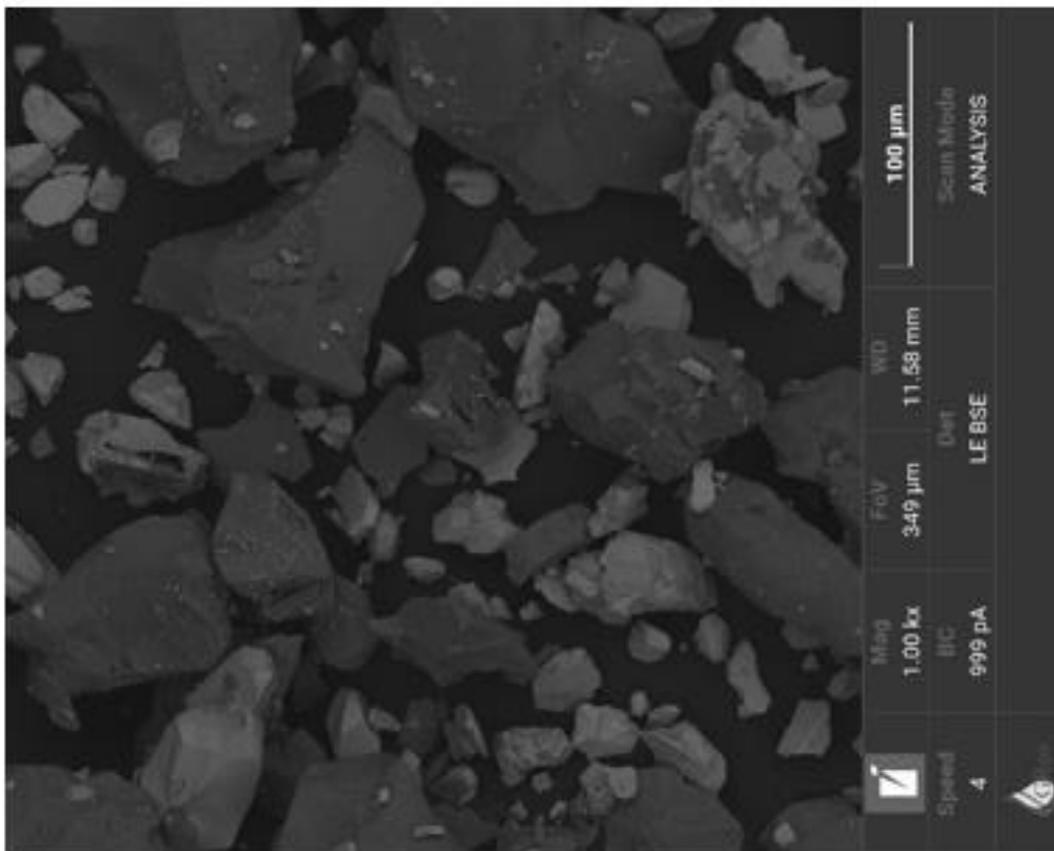
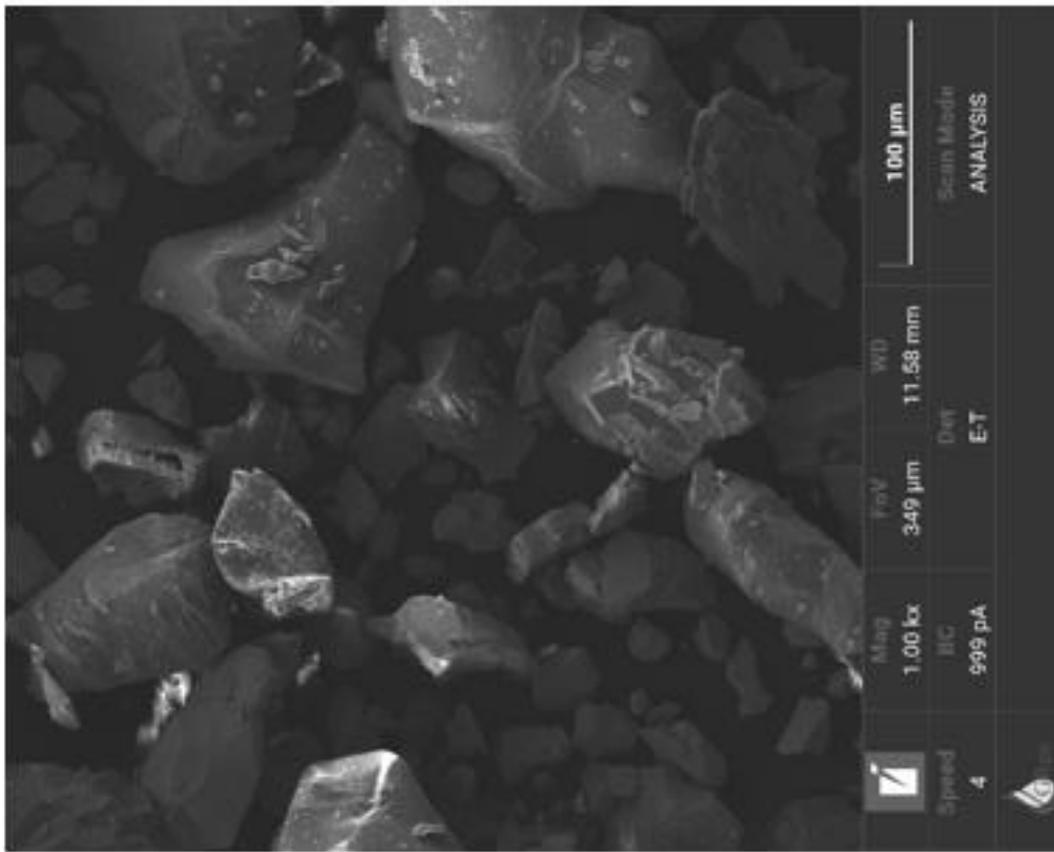


Amostra 2

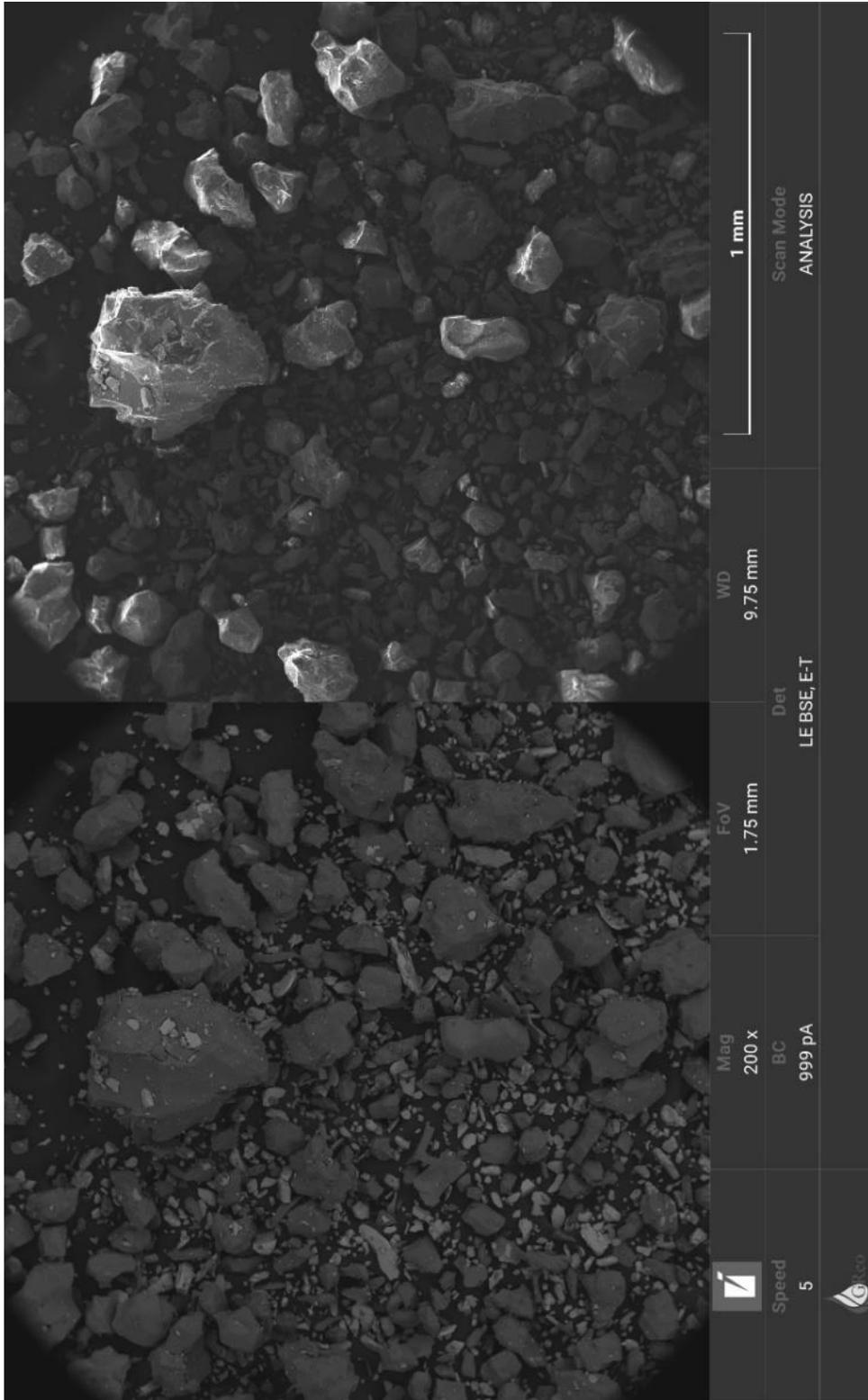


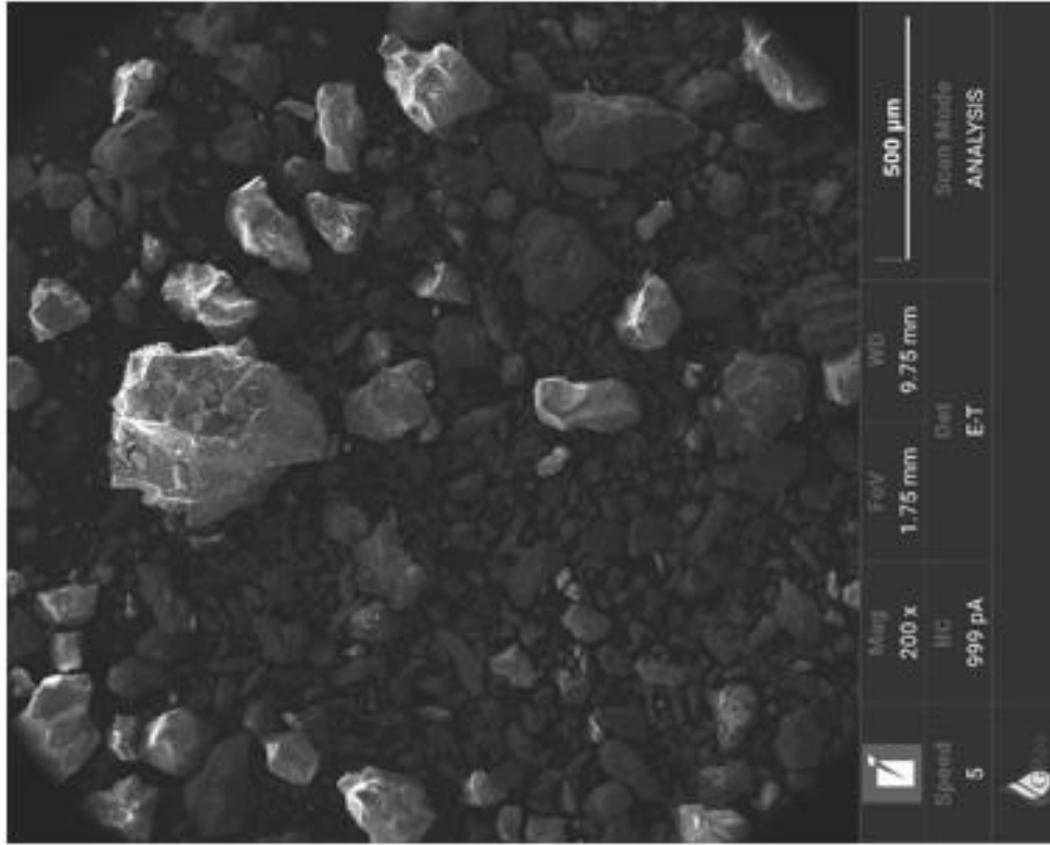
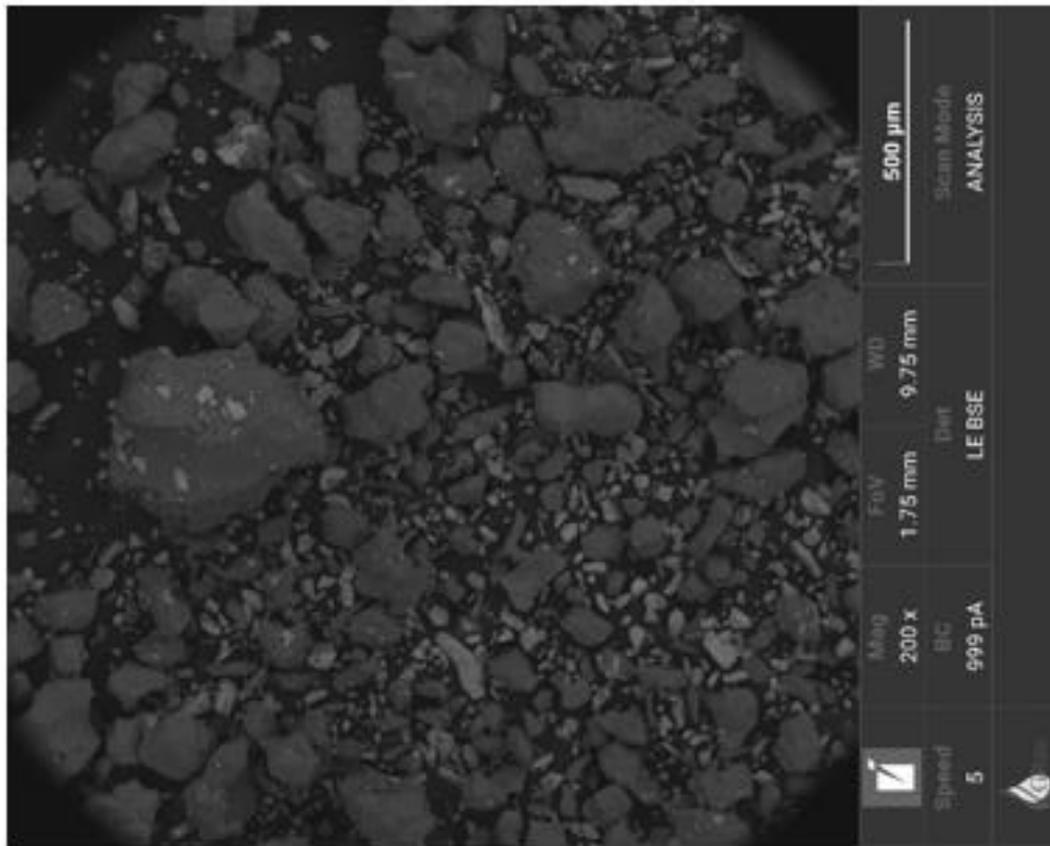


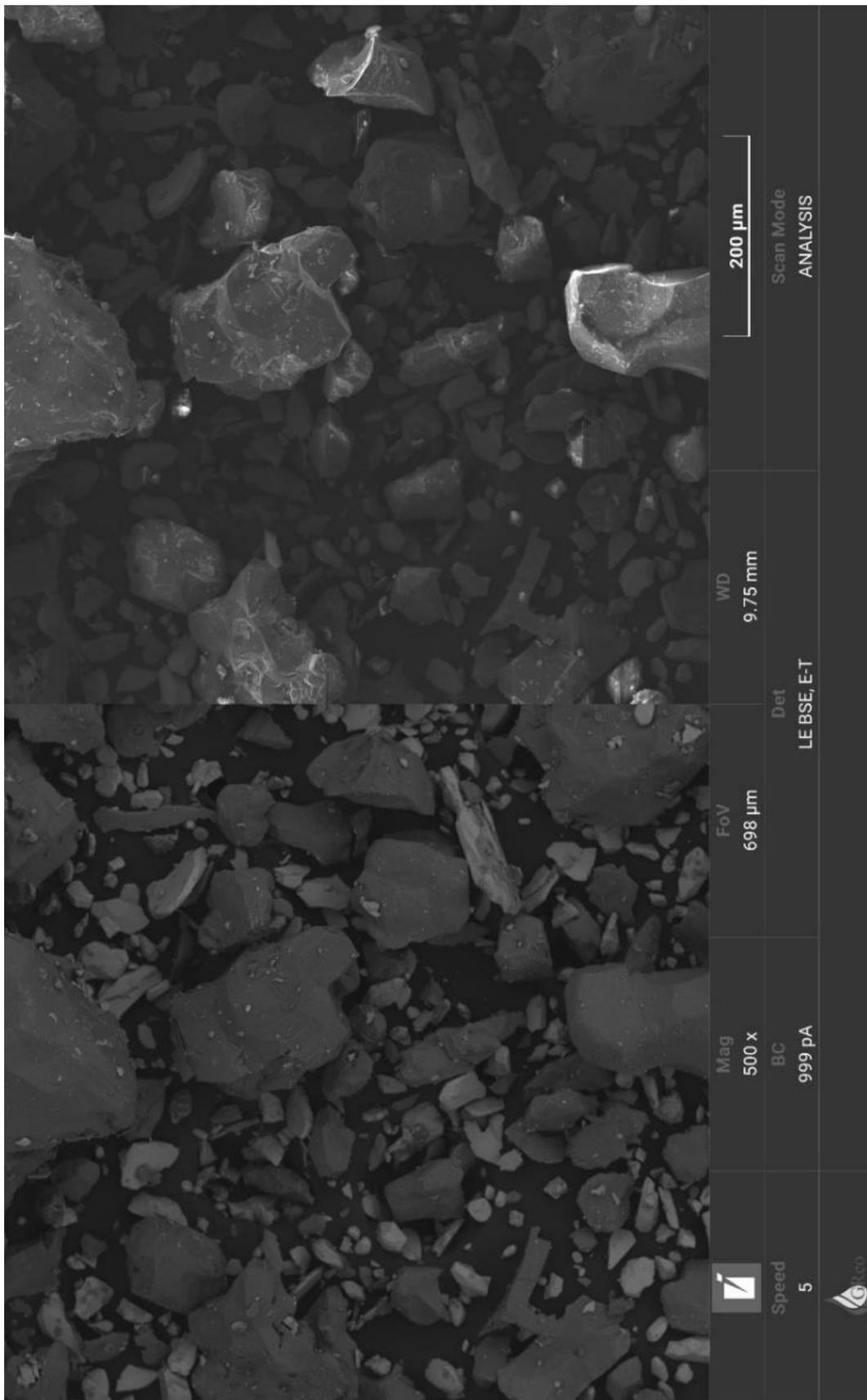




Amostra 3

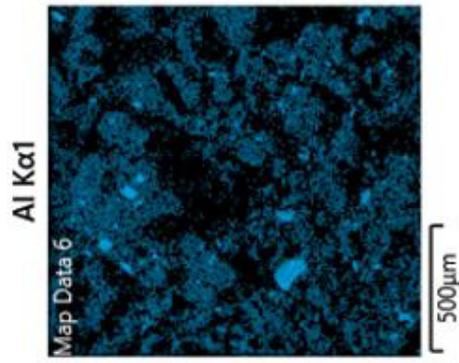
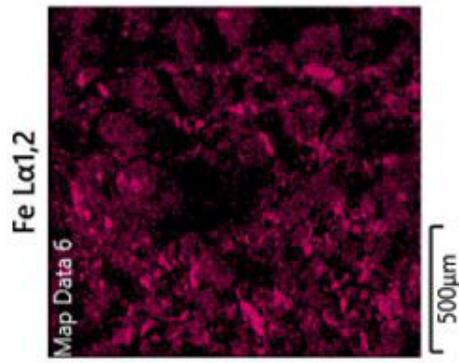
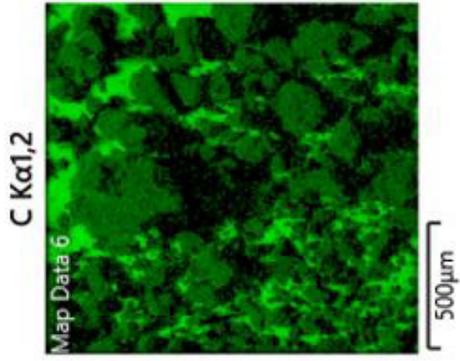
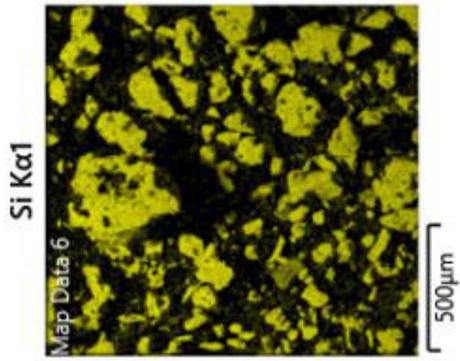
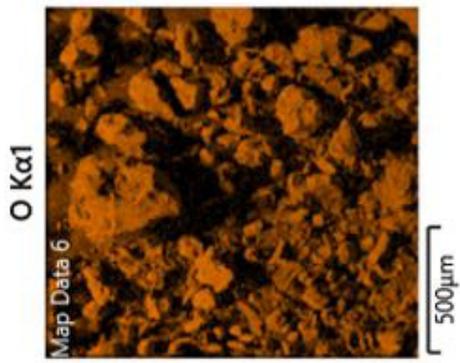






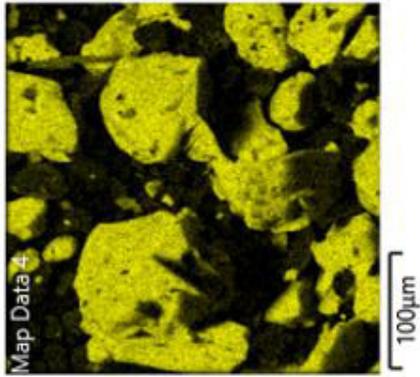
| | | | | |
|---|--------------|--------------------|-----------------------|--------|
|  | Mag 500 x | FoV 698 µm | WD 9.75 mm | 200 µm |
| Speed 5 | BC 999 pA | Det LE BSE, E-T | Scan Mode ANALYSIS | |
|  | | | | |

V. Microtomografias de MEV com EDS – Estimativa de porcentagem de elementos em diferentes faixas de ampliação

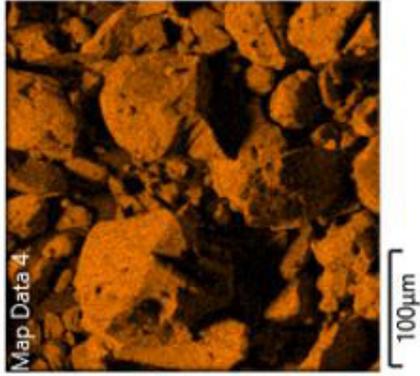


| Elemento | % |
|----------|-------|
| O | 43,34 |
| Si | 31,06 |
| Fe | 24,57 |
| Al | 1,03 |

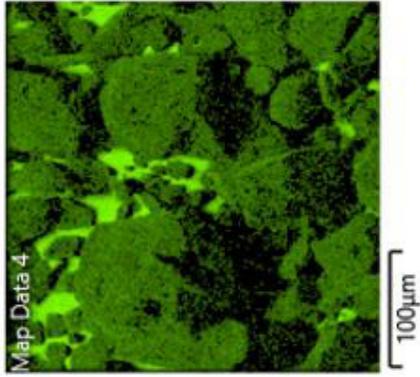
Si K α 1



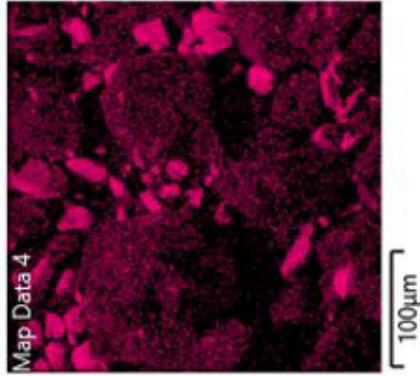
O K α 1



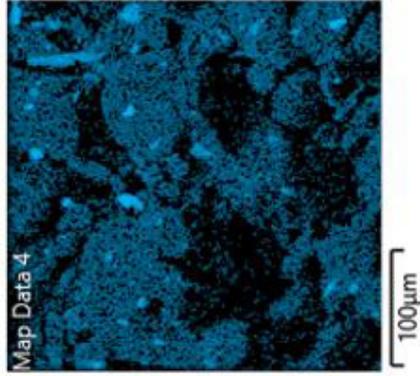
C K α 1,2



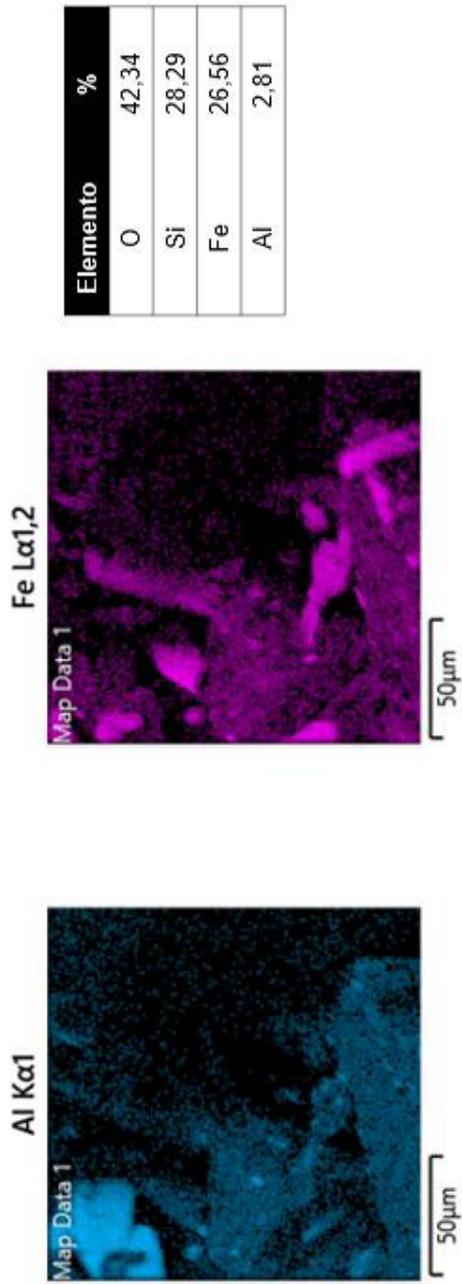
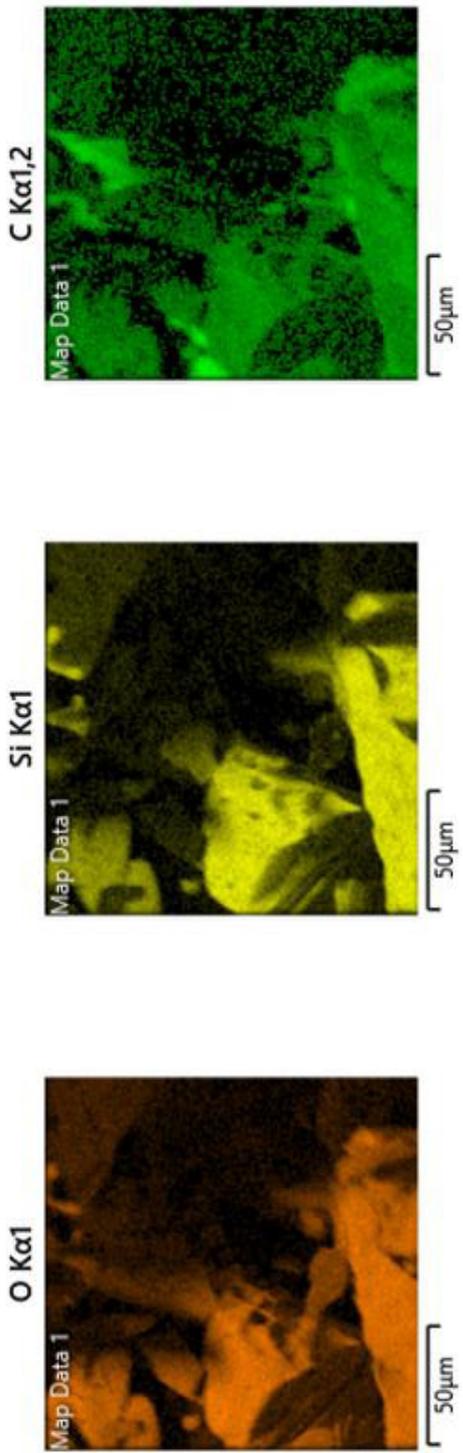
Fe L α 1,2



Al K α 1



| Elemento | % |
|----------|-------|
| O | 43,20 |
| Si | 31,04 |
| Fe | 25,00 |
| Al | 0,76 |



VI. Dados gerais dos corpos de prova

Dados de moldagem dos corpos de prova

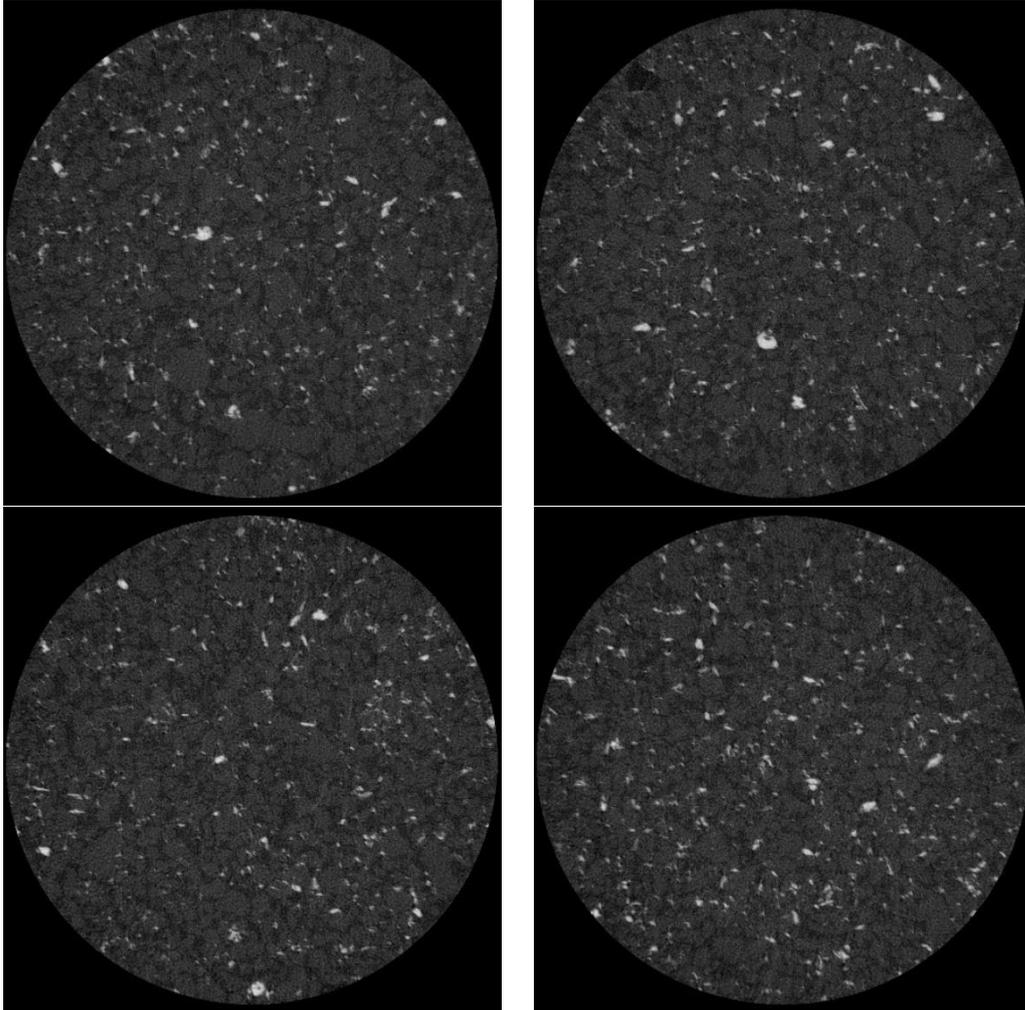
| Método | Dados CP | | | Condições iniciais de análise | | | | Verificação Teor de Umidade | | | | | | | Índice de vazios calculado |
|---------------|-------------------|---------------------|-----------------|-------------------------------|---------------------------|------------------------|------------------------------|------------------------------|-------------------|----------------|-------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------|----------------------------|
| | Média Altura (cm) | Média Diâmetro (cm) | Volume CP (cm³) | Massa específica seca (g/cm³) | Índice de vazios previsto | Massa de solo seco (g) | Massa de água na mistura (g) | Teor de umidade previsto (%) | Local de retirada | Código cápsula | Massa cápsula (g) | Massa Úmida (cápsula+rejeito) (g) | Massa seca (cápsula+rejeito) (g) | Massa água (g) | |
| Moist Tamping | 7,78 | 3,81 | 88,49 | 1,76 | 0,7 | 155,75 | 19,81 | 12,72 | Topo | E102 | 15,21 | 21,6 | 20,93 | 0,67 | 11,71 |
| | | | | | | | | | Meio | 3 | 15,87 | 19,77 | 19,35 | 0,42 | 12,07 |
| | | | | | | | | | Base | 85 | 13,73 | 19,56 | 18,92 | 0,64 | 12,33 |
| | 7,78 | 3,81 | 88,49 | 1,71 | 0,75 | 151,32 | 19,25 | 12,72 | Topo | 49 | 15,68 | 22,27 | 21,57 | 0,7 | 11,88 |
| | | | | | | | | | Meio | 8 | 14,56 | 20,34 | 19,73 | 0,61 | 11,80 |
| | | | | | | | | | Base | 75 | 16,96 | 21,48 | 20,99 | 0,49 | 12,16 |
| | 7,78 | 3,81 | 88,49 | 1,66 | 0,8 | 146,90 | 18,69 | 12,72 | Topo | 80 | 14,4 | 24,16 | 23,1 | 1,06 | 12,18 |
| | | | | | | | | | Meio | 65 | 16,34 | 23,99 | 23,14 | 0,85 | 12,50 |
| | | | | | | | | | Base | M5 | 18,54 | 24,68 | 24,01 | 0,67 | 12,25 |
| Slurry | 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,76 | 0,7 | 324,95 | 140,00 | 43,08 | Topo | E102 | 14,02 | 29,93 | 27,06 | 2,87 | 22,01 |
| | | | | | | | | | Meio | E107 | 14,23 | 33,86 | 30,31 | 3,55 | 22,08 |
| | | | | | | | | | Base | 73 | 13,62 | 27,21 | 24,57 | 2,64 | 24,11 |
| | 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,71 | 0,75 | 315,72 | 140,00 | 44,34 | Topo | 0,22 | 18,44 | 35,54 | 32,37 | 3,17 | 22,76 |
| | | | | | | | | | Meio | 13/359 | 18,28 | 29,38 | 27,27 | 2,11 | 23,47 |
| | | | | | | | | | Base | 383 | 19,35 | 36,89 | 33,6 | 3,29 | 23,09 |
| 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,66 | 0,8 | 306,48 | 140,00 | 45,68 | Topo | 12 | 18,03 | 63,75 | 56,02 | 7,73 | 20,95 | |
| | | | | | | | | Meio | 86 | 16,41 | 31,15 | 29,4 | 1,75 | 13,47 | |
| | | | | | | | | Base | G6 | 15,43 | 27,69 | 25,44 | 2,25 | 22,48 | |
| 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,76 | 0,7 | 324,95 | 250,00 | 76,94 | Topo | 6 | 13,51 | 27,72 | 24,58 | 3,14 | 28,96 | |
| | | | | | | | | Meio | 113 | 14,33 | 30,17 | 26,8 | 3,37 | 27,02 | |
| | | | | | | | | Base | 50/12/95 | 15,96 | 31,91 | 28,32 | 3,59 | 29,05 | |
| Pluviação | 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,71 | 0,75 | 315,72 | 250,00 | 79,19 | Topo | 474 | 13,38 | 42,79 | 36,77 | 6,02 | 25,74 |
| | | | | | | | | | Meio | 11 | 14,13 | 30,23 | 27,03 | 3,2 | 24,81 |
| | | | | | | | | | Base | 14E | 13,7 | 29,89 | 26,42 | 3,47 | 27,28 |
| 9,66 | 4,95 | 184,63 | 1,66 | 0,8 | 306,48 | 250,00 | 81,57 | Topo | 28 | 14,9 | 34,22 | 30,1 | 4,12 | 27,11 | |
| | | | | | | | | Meio | 3 | 14,31 | 30,22 | 26,86 | 3,36 | 26,77 | |
| | | | | | | | | Base | 127 | 15,47 | 33,64 | 29,65 | 3,99 | 28,14 | |

Dados das amostras reconstituídas para ensaio de microestrutura

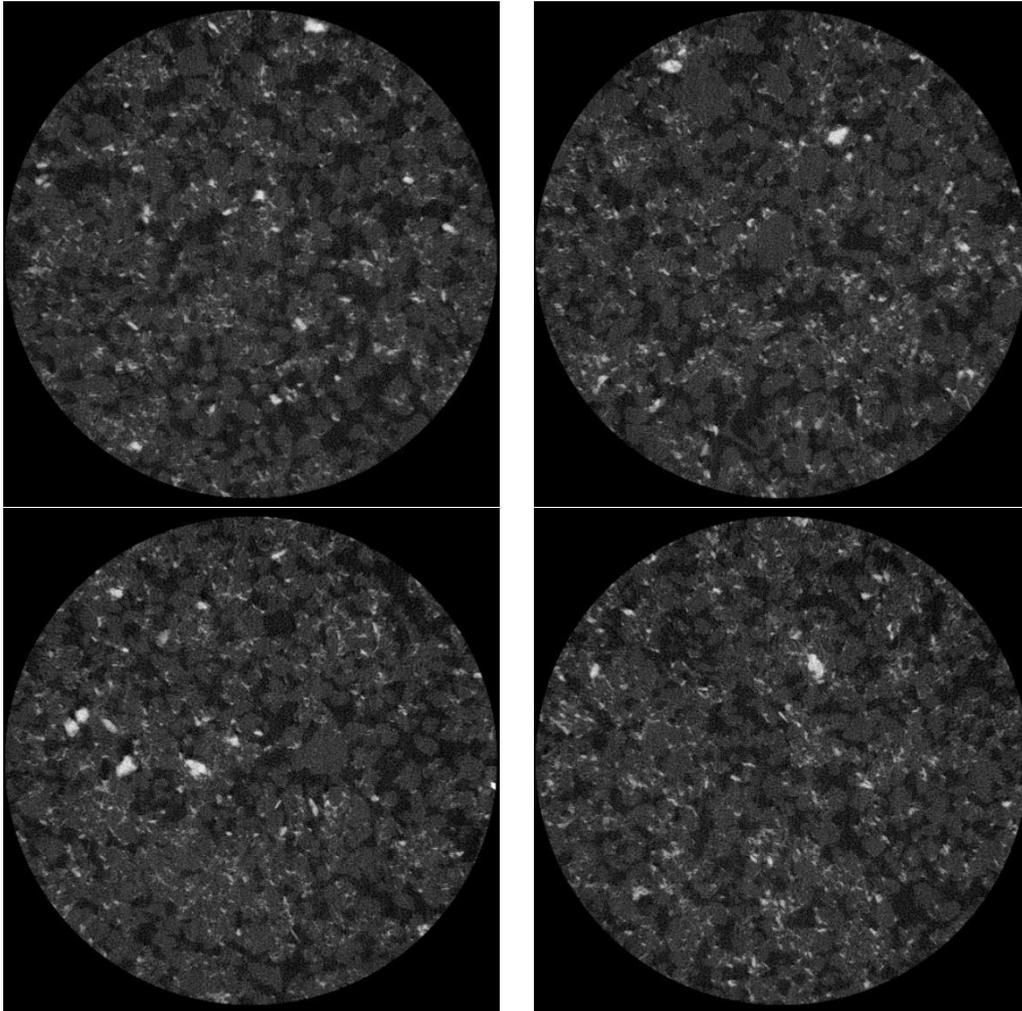
| Método | Dados CP | | | | Condições iniciais de análise | | | | Verificação Teor de Umidade | | | | | Índice de vazios calculado |
|---------------|----------|---------------|-------------|---------------------------|-------------------------------|------------------------------|----------------------------|--|-----------------------------|-------------------|-------------------------------|--------------------------------------|------|----------------------------|
| | Nome | Diâmetro (mm) | Altura (mm) | Volume (cm ³) | Massa CP (g) | Massa CP + Rejeito úmido (g) | Massa de rejeito úmido (g) | Massa específica seca (g/cm ³) | Massa seca (g) | Massa de água (g) | Teor de umidade calculado (%) | Teor de umidade médio da capsula (%) | | |
| Slurry | SCT.7 | 11,13 | 14,41 | 1,40 | 1,25 | 4,40 | 3,15 | 1,76 | 2,47 | 0,68 | 27,66 | 22,73 | 0,72 | |
| | SCT.75 | 11,19 | 15,07 | 1,48 | 1,34 | 4,20 | 2,86 | 1,71 | 2,53 | 0,33 | 12,85 | 23,11 | 1,02 | |
| | SCT.8 | 10,84 | 14,85 | 1,37 | 1,32 | 4,80 | 3,48 | 1,66 | 2,28 | 1,20 | 52,97 | 21,41 | 0,50 | |
| Pluviação | PCT.7 | 11,07 | 14,88 | 1,43 | 1,31 | 4,60 | 3,29 | 1,76 | 2,52 | 0,77 | 30,53 | 28,14 | 0,81 | |
| | PCT.75 | 11,17 | 15,12 | 1,48 | 1,31 | 4,50 | 3,19 | 1,71 | 2,53 | 0,66 | 25,91 | 25,94 | 0,88 | |
| | PCT.8 | 10,94 | 15,62 | 1,47 | 1,36 | 4,80 | 3,44 | 1,66 | 2,44 | 1,00 | 41,14 | 27,34 | 0,76 | |
| Moist Tamping | MCT.7 | 11,15 | 15,01 | 1,47 | 1,33 | 4,04 | 2,71 | 1,76 | 2,58 | 0,13 | 5,06 | 12,04 | 0,84 | |
| | MCT.75 | 11,15 | 15,14 | 1,48 | 1,30 | 3,95 | 2,65 | 1,71 | 2,53 | 0,12 | 4,83 | 11,95 | 0,90 | |
| | MCT.8 | 11,21 | 15,40 | 1,52 | 1,34 | 4,07 | 2,73 | 1,66 | 2,52 | 0,21 | 8,20 | 12,31 | 0,90 | |

VII. Microtomografias de Raio-X 3D – Imagens de seções diversas

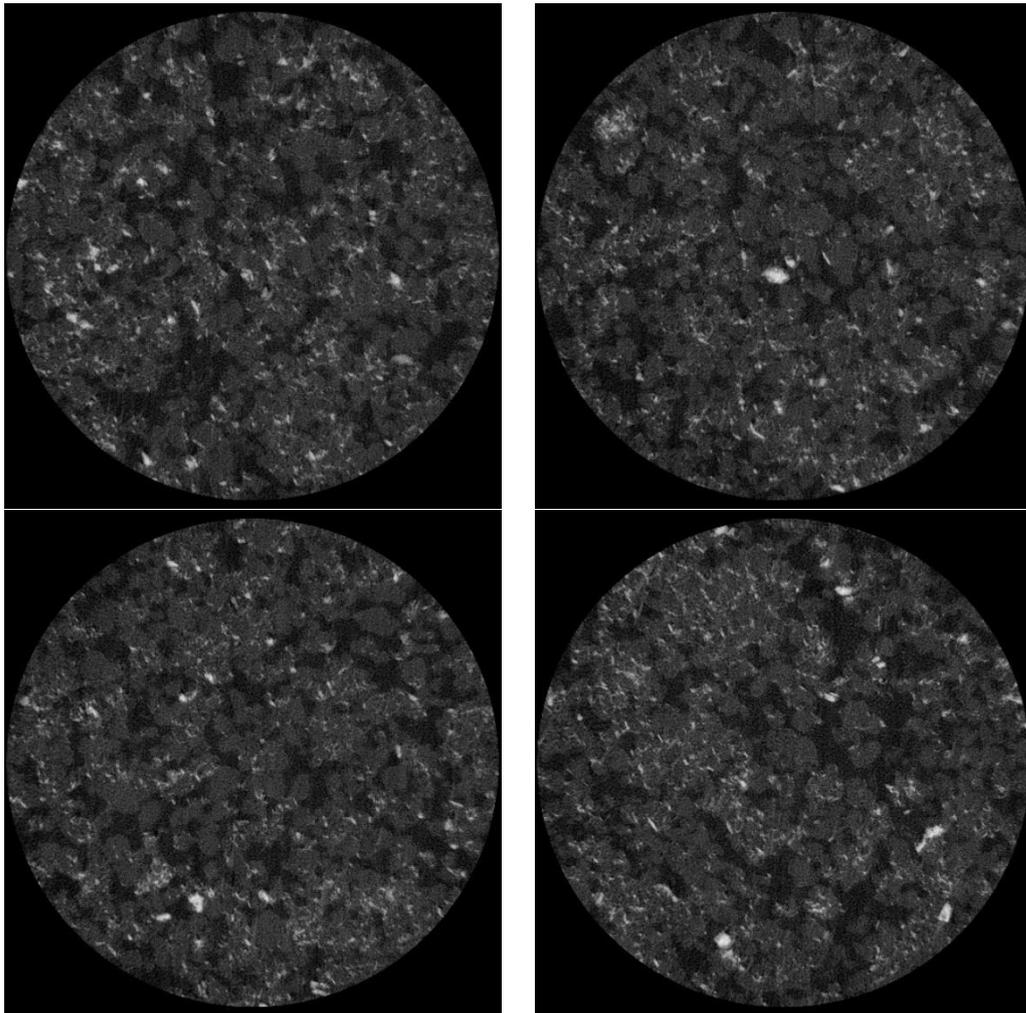
Amostra 7623-23 – Método de reconstituição MT - $\epsilon=0,7$



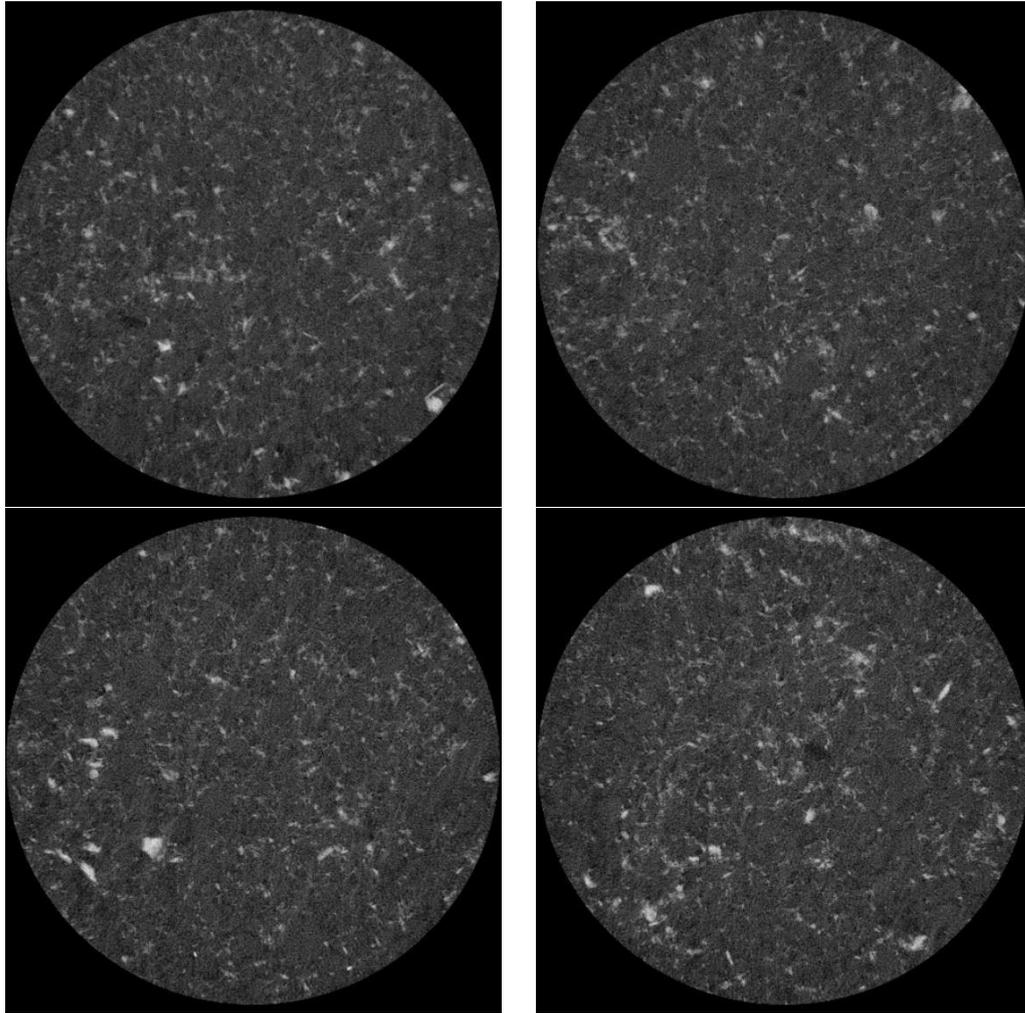
Amostra 7624-23 – Método de reconstituição MT - $e=0,75$



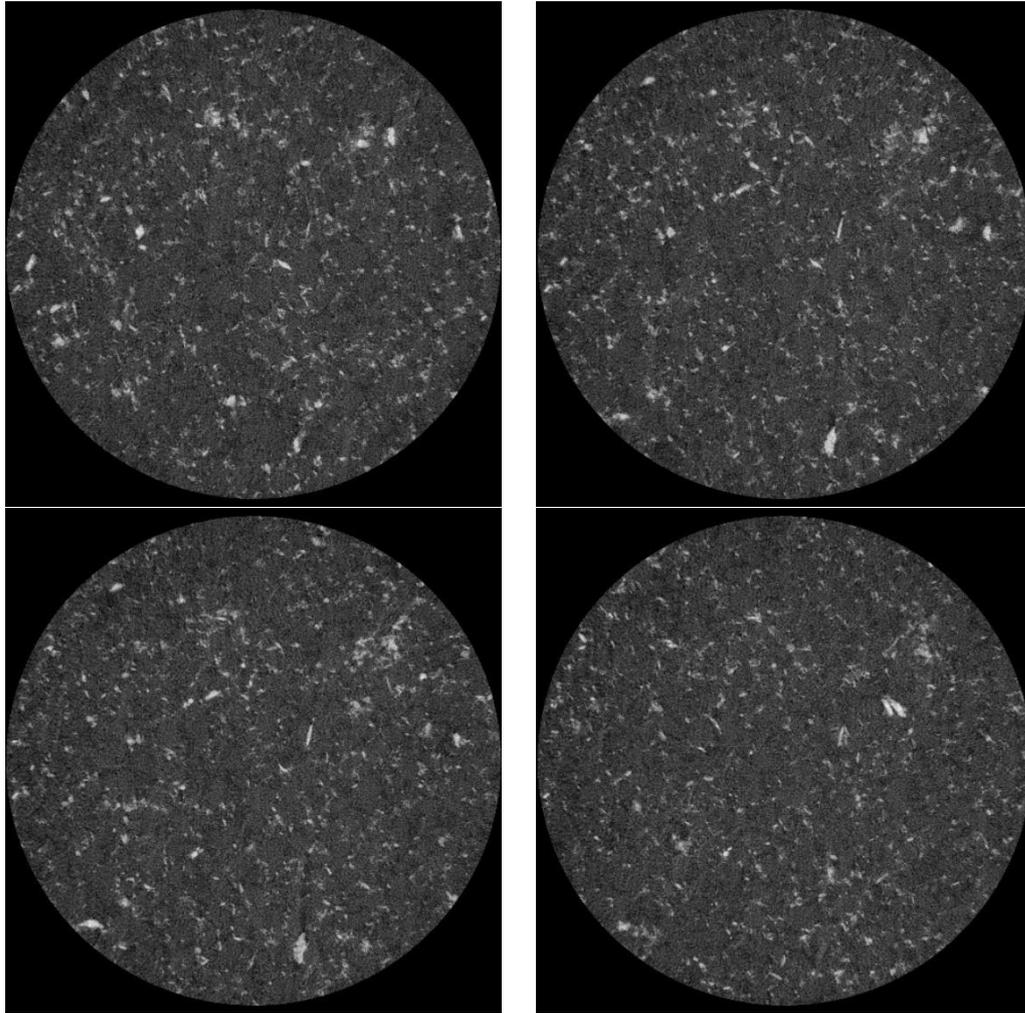
Amostra 7625-23 – Método de reconstituição MT - $e=0,8$



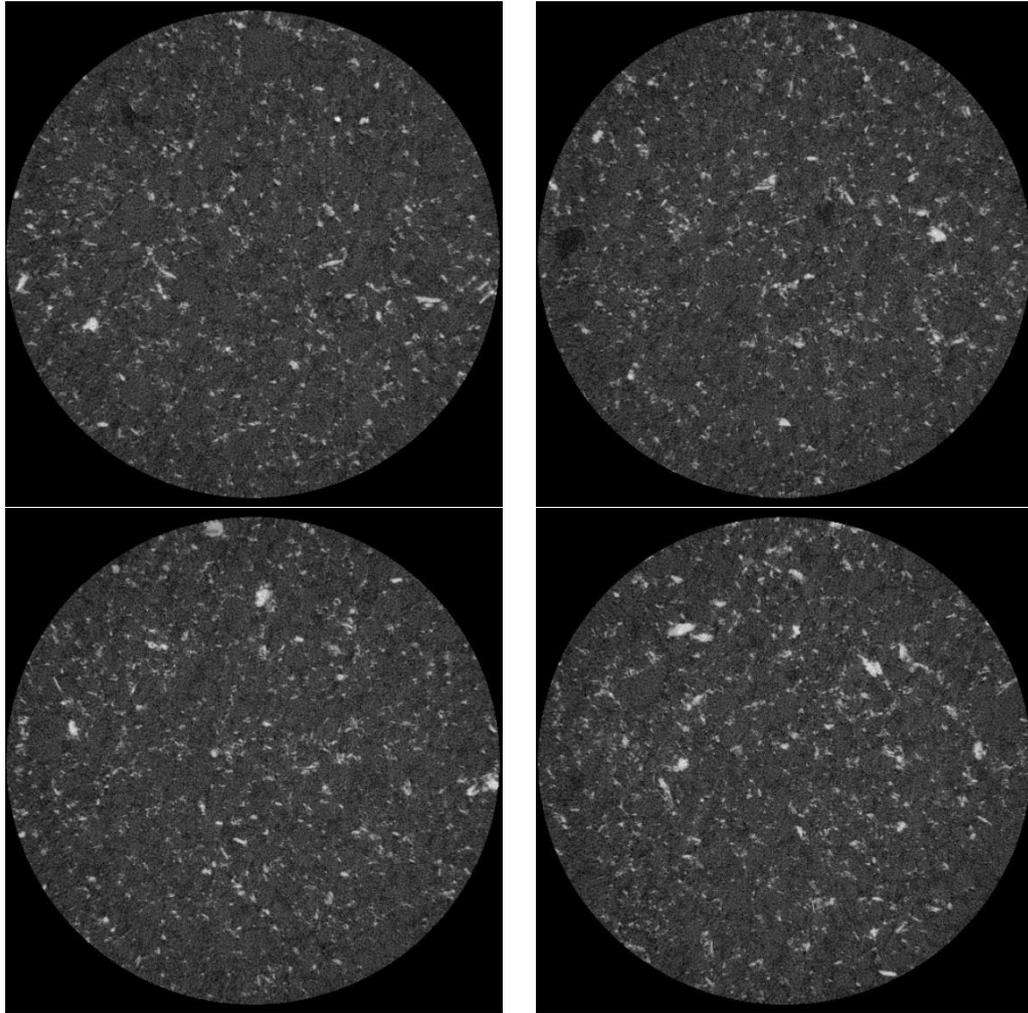
Amostra 7626-23 – Método de reconstituição SD - $e=0,7$



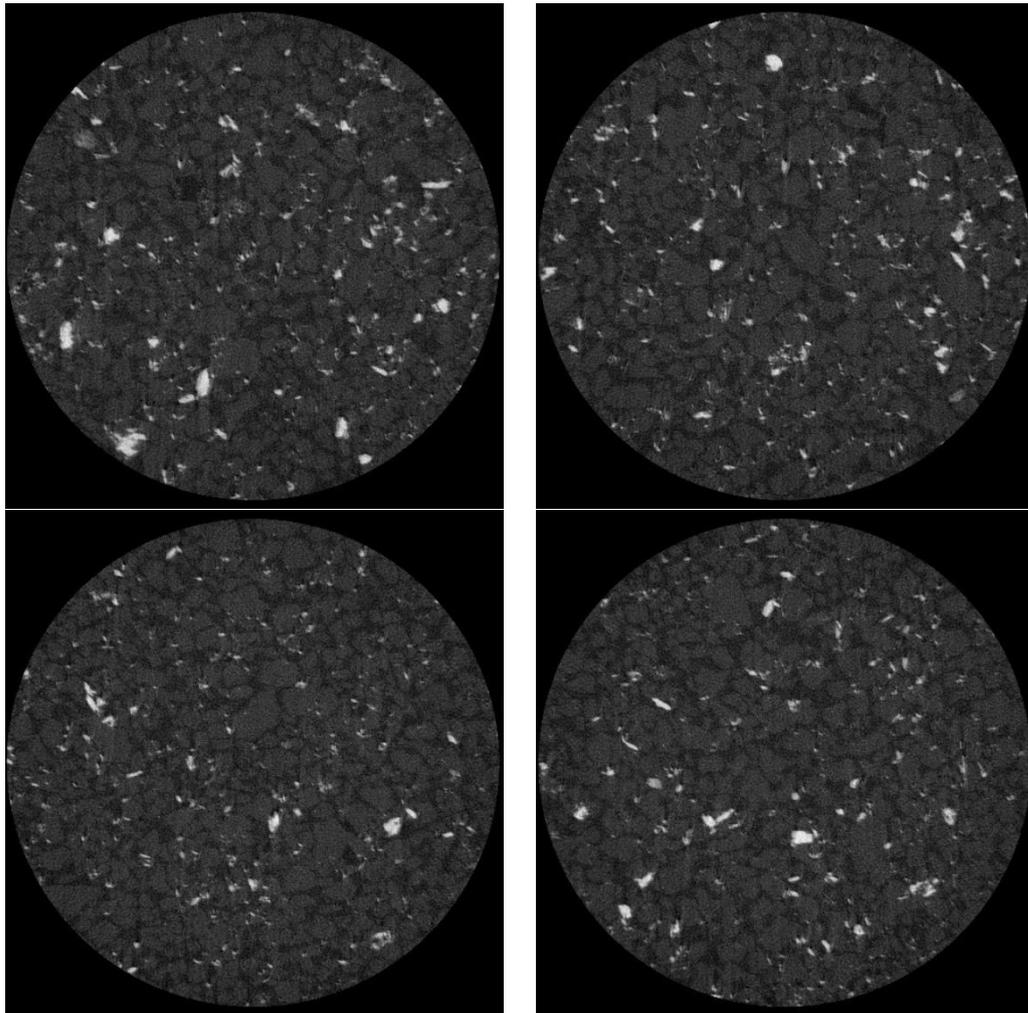
Amostra 7627-23 – Método de reconstituição SD - $e=0,75$



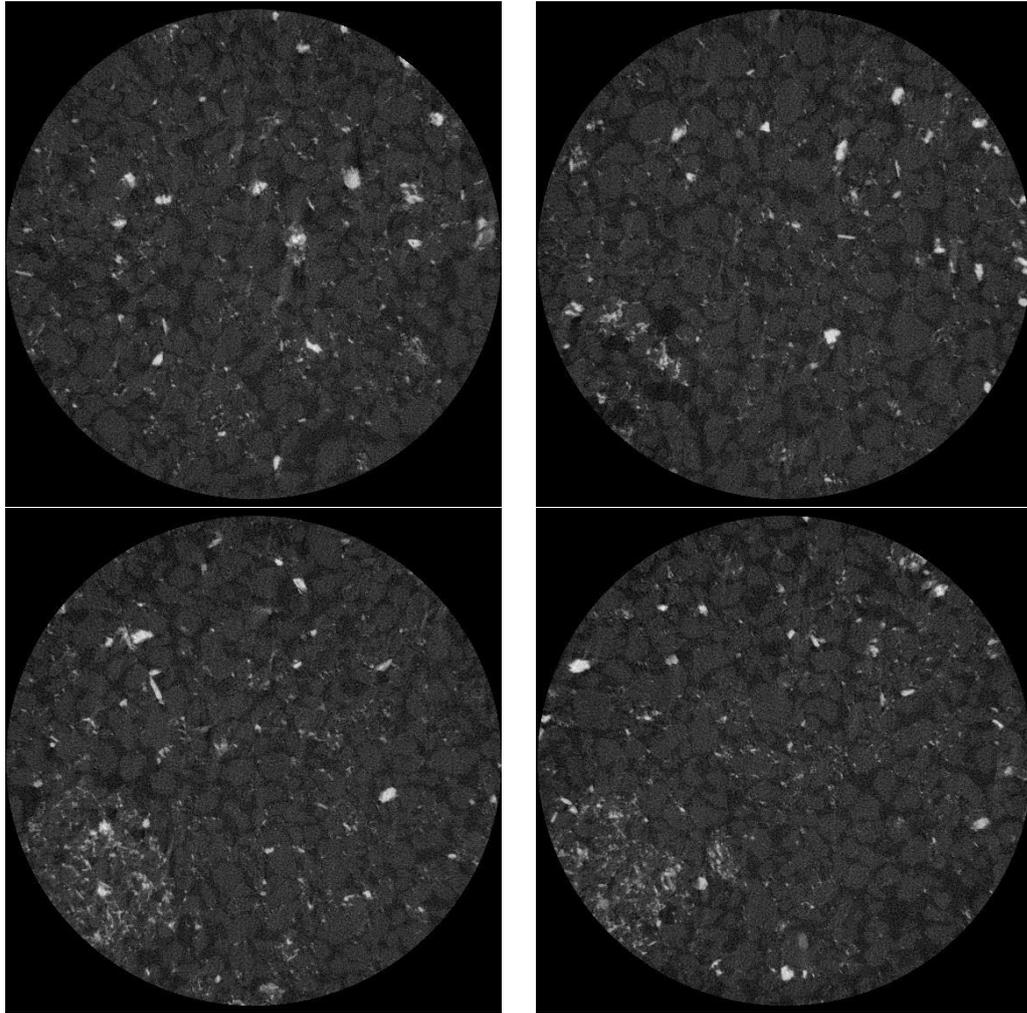
Amostra 7628-23 – Método de reconstituição SD - $e=0,8$



Amostra 7629-23 – Método de reconstituição WP - $e=0,7$



Amostra 7630-23 – Método de reconstituição WP - $e=0,75$



Amostra 7631-23 – Método de reconstituição WP - $e=0,8$

