

UNIVERSIDADE FEDERAL DA FRONTEIRA SUL
CAMPUS ERECHIM
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA AMBIENTAL

WILLIAM MATEUS KUBIAKI LEVANDOSKI

**ESTABILIZAÇÃO/SOLIDIFICAÇÃO DE REJEITO DE MINERAÇÃO DE FERRO
COM LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO ORIUNDO DE RESÍDUOS
AGROINDUSTRIAIS**

ERECHIM

2024

WILLIAM MATEUS KUBIAKI LEVANDOSKI

**ESTABILIZAÇÃO/SOLIDIFICAÇÃO DE REJEITO DE MINERAÇÃO DE FERRO
COM LIGANTE ÁLCALI-ACTIVADO ORIUNDO DE RESÍDUOS
AGROINDUSTRIAIS**

Defesa de dissertação apresentada para o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS), como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf
Coorientadora: Dr.^a. Suéllen Tonatto Ferrazzo

ERECHIM

2024

Bibliotecas da Universidade Federal da Fronteira Sul - UFFS

Levandoski, William Mateus Kubiaki
ESTABILIZAÇÃO/SOLIDIFICAÇÃO DE REJEITO DE MINERAÇÃO
DE FERRO COM LIGANTE ÁLCALI-ATIVADO ORIUNDO DE RESÍDUOS
AGROINDUSTRIAIS / William Mateus Kubiaki Levandoski. --
2024.
78 f.

Orientador: Doutor Eduardo Pavan Korf
Co-orientadora: Doutora Suéllen Tonatto Ferrazzo
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal da
Fronteira Sul, Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Tecnologia Ambiental, Erechim,RS, 2024.

1. rejeitos de mineração. 2. cimento alcalino. 3.
comportamento mecânico. 4. encapsulamento de metais. 5.
microestrutura. I. Korf, Eduardo Pavan, orient. II.
Ferrazzo, Suéllen Tonatto, co-orient. III. Universidade
Federal da Fronteira Sul. IV. Título.

Elaborada pelo sistema de Geração Automática de Ficha de Identificação da Obra pela UFFS
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

WILLIAM MATEUS KUBIAKI LEVANDOSKI

**ESTABILIZAÇÃO/SOLIDIFICAÇÃO DE REJEITO DE MINERAÇÃO DE FERRO
COM LIGANTE ÁLCALI-AATIVADO ORIUNDO DE RESÍDUOS
AGROINDUSTRIAIS**

Defesa de dissertação apresentada para o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia Ambiental da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS), como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia Ambiental.

Este trabalho foi defendido e aprovado pela banca em 21/02/2024.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf – UFFS
Orientador

Dr.^a Suéllen Tonatto Ferrazzo – UFRGS
Coorientadora

Prof. Dr. Nilo Cesar Consoli – UFRGS
Avaliador

Prof.^a Dr.^a Deise Trevizan Pelissaro – URI
Avaliadora

Dedico este trabalho em memória de
minha mãe.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a minha família, minha namorada Jaina e principalmente a minha mãe, Rosali, por sempre ter me apoiado e incentivado, hoje guardada em meu coração. Ao meu professor, orientador e amigo Eduardo pela dedicação e todas as oportunidades, confiança e conhecimentos compartilhados durante todos os anos de trabalhos em conjunto. A minha coorientadora e amiga Suéllen por toda dedicação, parceria, auxílio, e principalmente por nunca medir esforços para ajudar. A todos meus amigos do grupo dos medonhos que estiveram ao meu lado. Ao grupo de pesquisa em Resíduos e Geotecnia Ambiental – REGEOAMB-UFFS e principalmente a Maria por auxiliar nos trabalhos desenvolvidos nesta pesquisa. A todos os meus professores por todo aprendizado passado que tornaram possível a minha formação e elaboração deste trabalho. E a todos que contribuíram de forma direta e indireta para a realização deste trabalho.

"A felicidade pode ser encontrada inclusive nos momentos mais escuros; só é preciso se lembrar de acender a luz" (ROWLING, 2000).

RESUMO

Diante dos impactos ambientais e socioeconômicos associados a disposição de rejeitos de mineração, a valorização de resíduos e o uso de ligantes álcali-ativados são importantes para práticas sustentáveis. Apesar da existência de estudos sobre ativação alcalina aplicada na estabilização de rejeitos de mineração de ferro (RMF), ainda é preciso explorar os fatores que influenciam o comportamento do resíduo cimentado. Além disso, compreender o comportamento mecânico e de lixiviação de rejeitos de mineração com cimentos alcalinos ao longo do tempo é de suma importância para a viabilidade técnica do material. Nesse sentido, este estudo avaliou a estabilização/solidificação de RMF com ligante álcali-ativado (LAA) a base de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de casca de ovo. Foram realizados ensaios de resistência à compressão simples (RCS), lixiviação, composição química, mineralogia e microestrutura com 7 a 365 dias e de resistência à tração por compressão diametral e rigidez inicial para menores tempos de cura. RCS de até 6,59 MPa foi alcançada após 28 dias de cura a 40°C. A redução da porosidade e o aumento o teor de ligante melhoraram as resistências e rigidez de RMF-LAA. O desenvolvimento da RCS ocorreu até 60 dias, apresentando baixa variação após este período. RMF-LAA com maior teor de ligante e peso específico não apresentou toxicidade por metais ao longo do tempo. Ba, Mn, Pb e Zn foram encapsulados na matriz cimentada, sendo que a partir de 90 dias de tempo de cura é observado um encapsulamento total de todos os metais. A mineralogia do rejeito cimentado não apresentou alterações decorrentes do teste de lixiviação. A presença de gel N-A-S-H foi identificada em todas as misturas RMF-LAA. A exposição ao ambiente ácido do ensaio de lixiviação alterou as bandas das ligações de carbonatos em RMF-LAA.

Palavras-chave: rejeitos de mineração; cimento alcalino; comportamento mecânico; encapsulamento de metais; microestrutura.

ABSTRACT

Due to the environmental and socioeconomic impacts associated with the disposal of mining tailings, the waste valorization and the use of alkali-activated binders are important for sustainable practices. Despite the existence of studies on alkaline activation applied to the stabilization of iron ore tailings (IOT), it is still necessary to explore the factors that influence the behavior of cemented waste. Furthermore, understanding the mechanical and leaching behavior of mining tailings with alkaline cements over time is crucial for the technical viability of the material. In this sense, this study evaluated the stabilization/solidification of IOT with alkali-activated binder (AAB) based on sugarcane bagasse ash and eggshell lime. Unconfined compressive strength (UCS), leaching, chemical and mineralogical composition and microstructure tests were conducted with 7 to 365 days and tensile strength and initial stiffness for shorter curing times. UCS of up to 6.59 MPa was achieved after 28 days of curing at 40°C. Reducing porosity and increasing binder content improved the strength and stiffness of IOT-AAB. UCS development occurred up to 60 days, showing low variation after this period. IOT-AAB with higher binder content and dry unit weight showed no metal toxicity over time. Ba, Mn, Pb and Zn were encapsulated in the cemented matrix and after 90 days of curing time, total encapsulation of metals was observed. The mineralogy of the cemented tailings showed no changes due to the leaching test. The presence of N-A-S-H gel was identified in all IOT-AAB mixtures. Exposure to the acidic environment of the leaching test altered the carbonate bond bands in IOT-AAB.

Keywords: mining tailings; alkaline cement; mechanical behavior; metal encapsulation; microstructure.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Fig 1. Grain size distribution of the materials.	21
Fig 2. Mineralogical composition of IOTs, SCBA and HEL.....	22
Fig 3. Compaction test IOT-ABB mixtures.	23
Fig 4. Pareto chart of qu for IOT-AAB.....	26
Fig 5. Main effects plot of qu for IOTs-AAB.	27
Fig 6. qu versus η/Biv for IOT-AAB.	28
Fig 7. Pareto chart of qt for IOTs-AAB.....	29
Fig 8. Main effects plot of qt for IOTs-AAB.	30
Fig 9. qu versus qt for IOT-AAB mixtures.	30
Fig 10. qt versus η/Biv for IOT-AAB.....	31
Fig 11. Pareto chart of $G0$ for IOTs-AAB.....	32
Fig 12. Main effects plot of $G0$ for IOTs-AAB.	32
Fig 13. qu versus $G0$ for IOT-AAB mixtures.	33
Fig 14. $G0$ versus η/Biv for IOT-AAB.	34
Fig 15. Diffractograms of IOTs-AAB mixtures.	35
Fig 16. FTIR spectra of IOTs-AAB mixtures.	36
Fig 17. SEM images of IOTs-AAB (10kx magnification): (a) 7d – 23°C, (b) 28d – 23°C, (c) 7d – 40°C, (d) 28d – 40°C.	37
Fig 18. Difratoograma do RMF, CBCA e CCOH.....	50
Fig 19. Resultados médios de RCS para RMF-LAA com 7 e 365 dias.	54
Fig 20. Difratoogramas de amostras de RMF-LAA pré e pós lixiviação entre 7 e 365 dias.	58
Fig 21. FTIR de amostras de RMF-LAA pré e pós lixiviação entre 7 e 365 dias.....	60

LISTA DE TABELAS

Tab 1. Materials physical properties.	21
Tab 2. Chemical composition of materials.	21
Tab 3. Factorial design unconfined compressive strength tests.	24
Tab 4. Factorial design split tensile strength and initial shear stiffness tests.	25
Tab 5. Propriedades físicas dos materiais.	49
Tab 6. Composição química dos materiais (%).	50
Tab 7. Composição química dos extratos lixiviados e solubilizados de RMF e CBCA.	51
Tab 8. Planejamento experimental para testes de resistência e lixiviação	52
Tab 9. Composição química dos extratos lixiviados das misturas RMF-LAA pelo ensaio de lixiviação (mg.L ¹) NBR. 10.005.	55

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAB	Alkali-activated binder
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANM	Associação Nacional de Mineração
ASTM	American Society for Testing and Materials
BET	Brunauer-Emmett-Teller
C-A-S-H	Hydrated calcium aluminosilicate/ aluminossilicato de cálcio hidratado
CBCA	Cinza de bagaço de cana-de-açúcar
CCOH	Cal de casca de ovos hidratada
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
DRX	Difratometria de raios X
HEL	Hydrated eggshell lime and
IOTs	Iron ore tailings
LAA	Ligante álcali-ativado
NaOH	Sodium hydroxide/ hidróxido de sódio
N-A-S-H	Hydrated sodium aluminosilicate/ aluminossilicato de sódio hidratado
RCS	Resistência à compressão simples
RMF	Rejeito de mineração de ferro
SCBA	Sugar cane bagasse ash
UFFS	Universidade Federal da Fronteira Sul
XRD	X-ray diffraction
XRF	X-ray fluorescence spectrometry

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	OBJETIVOS.....	15
1.1.1	Objetivo geral	15
1.1.2	Objetivos específicos	15
1.2	ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO	15
2	ARTIGO CIENTÍFICO I.....	17
3	ARTIGO CIENTÍFICO II	45
4	CONSIDERAÇÕES FINAIS	71
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	73

1 INTRODUÇÃO

As reservas mundiais de minério de ferro são da ordem de 170 bilhões de toneladas. Em 2022, o Brasil produziu aproximadamente 570 milhões de toneladas de minério de ferro (COSTA *et al.*, 2023). Todavia, as atividades do setor de mineração geram inúmeros impactos negativos. Rompimentos de barragens de mineração são eventos de baixa frequência, mas geram impactos de elevada magnitude e de complexa mensuração, como observado em Mariana e Brumadinho (CARMO *et al.*, 2017; FREITAS; DA SILVA, 2019). Além disso, o beneficiamento e o transporte dos minerais compreendem atividades que geram gases do efeito estufa (GAN; GRIFFIN, 2018; HAQUE; NORGATE, 2015; KUMAR KATTA; DAVIS; KUMAR, 2020) e grande volume de rejeitos. Estimasse que anualmente o Brasil gera mais de 500 milhões de toneladas do rejeito de minério de ferro (ANM, 2020).

Pesquisas sobre estabilização/solidificação química destes rejeitos pela adição de agentes cimentantes (e. g. cimento Portland) vêm sendo desenvolvidas (ALMADA *et al.*, 2023; CONSOLI *et al.*, 2022; HUANG *et al.*, 2023; WANG *et al.*, 2022; YAO *et al.*, 2020). Para esta finalidade, o uso de cimento Portland resulta em um material com boas propriedades mecânicas e com potencial de aplicação in loco, minimizando os riscos associados a lixiviação de metais (KEFENI; MSAGATI; MAMBA, 2017; MARUTHUPANDIAN; CHALIASOU; KANELLOPOULOS, 2021; PAN *et al.*, 2022). Entretanto, o cimento tradicional apresenta baixa resistência a ácidos (JACQUES *et al.*, 2010) e elevada emissão de CO₂. A produção de 1 t de cimento Portland emite até 0,95 t de CO₂ (MILLER; MYERS, 2020), sendo responsável por 8% das emissões globais de gases de efeito estufa (ANDREW, 2018).

Como alternativa ao cimento Portland, resíduos ricos em aluminossilicatos estão sendo utilizados como precursores para produção de ligantes álcali-ativados (ou cimentos alcalinos) (KRIVENKO, 2017). Ligantes álcali-ativados resultam de uma combinação de um aluminossilicato sólido e amorfo (denominado precursor) na presença de um ativador alcalino (PROVIS, 2018), resultando na formação de géis C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado) ou N-A-S-H (aluminossilicato de sódio hidratado) (GARCIA-LODEIRO; PALOMO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2015). Os subprodutos mais utilizados como precursores são escória de alto forno (MARVILA *et al.*, 2023), escória de aço (GHORBANI *et al.*, 2023), cinzas volantes (XIA *et al.*, 2023) e cinza de casca de arroz (SERVI *et al.*, 2022). Hidróxido de sódio e silicato de sódio são os ativadores alcalinos comerciais mais utilizados (CRISTELO *et al.*, 2021; JAMIESON *et al.*, 2015; NOVO *et al.*, 2022). Fontes de cálcio também podem ser utilizadas nos sistemas álcali-ativados, como cal de carbureto (BRUSCHI

et al., 2021; SERVI *et al.*, 2022), pó de cascas de ostras (ZHANG *et al.*, 2022) e cal de casca de ovo (FERRAZZO *et al.*, 2023; LEVANDOSKI *et al.*, 2023), reduzindo a concentração de ativador alcalino necessária e possibilitando trabalhar em temperatura ambiente.

Neste contexto, destacam-se dois resíduos agroindustriais fontes de aluminossilicatos e de cálcio, que não possuem valor agregado e são geralmente descartados em aterros: cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cascas de ovos (FERRAZZO *et al.*, 2023). A cinza de bagaço de cana-de-açúcar é um resíduo agroindustrial proveniente da queima do bagaço da cana-de-açúcar em caldeiras da indústria de biocombustíveis e açucareira (ALONSO PIPPO; GARZONE; CORNACCHIA, 2007). Esta cinza é um material pozzolânico com rica fonte de sílica (<70% SiO₃) e reatividade química satisfatória para uso em materiais álcali-ativados (BERENGUER *et al.*, 2020; BRUSCHI *et al.*, 2021; FERRAZZO *et al.*, 2023; LEVANDOSKI *et al.*, 2023; ARAÚJO *et al.*, 2023). A casca de ovo, após ser submetida ao processo de calcinação, corresponde a uma rica fonte de óxido de cálcio: 72 a 77% CaO (ARAÚJO *et al.*, 2023; CONSOLI *et al.*, 2020; FERRAZ *et al.*, 2018). Dentre os distintos campos de aplicação, a ativação alcalina vem sendo explorada como uma metodologia promissora para estabilização/solidificação de rejeitos e fixação/imobilização de metais pesados (KIVENTERÄ *et al.*, 2018; OBENAU-EMLER; FALAH; ILLIKAINEN, 2020; BRUSCHI *et al.*, 2021; DOS SANTOS *et al.*, 2022; PAN *et al.*, 2022; BRUSCHI *et al.*, 2022)

De fato, há alguns estudos na literatura acerca da lixiviação de rejeitos de mineração estabilizados com cimentos alcalinos. Contudo, identifica-se que a estabilização/solidificação destes resíduos com cimentos alcalinos representa um campo de pesquisa ainda a ser explorado. A literatura demonstra que ainda existem muitas questões a serem investigadas, sendo que a principal delas é a necessidade de explorar como pode-se potencializar esta estabilização/solidificação, identificando os fatores que influenciam o desempenho mecânico do material cimentado e na compreensão do comportamento de lixiviação para curtos e longos períodos de cura e de possíveis alterações microestruturais (BRAGAGNOLO; PRIETTO; KORF, 2022). Além disso, a lixiviação de RMF com cimentos alcalinos permanece inexplorada. Nesse sentido, este estudo avalia RMF estabilizado/solidificado com um LAA a base de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de casca de ovo, visando identificar os fatores que influenciam no comportamento mecânico em distintos tempos de cura e as possíveis alterações na composição química e mineralógica decorrentes da exposição ao ambiente ácido, bem como o encapsulamento de metais nestas condições. As avaliações foram realizadas em RMF-LAA com tempos de cura de 7 a 365 dias.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar o desempenho mecânico e ambiental do rejeito da mineração de ferro estabilizado com ligante álcali-ativado de cinza de bagaço de cana-de-açúcar, cal de casca de ovo e hidróxido de sódio.

1.1.2 Objetivos específicos

1. Determinar a resistência à compressão simples, resistência à tração por compressão diametral e rigidez de misturas rejeito-ligante álcali-ativado;
2. Determinar uma correlação entre as variáveis resposta e o índice porosidade/teor volumétrico de ligante (η/B_{iv});
3. Estudar a composição mineralógica e a microestrutura de misturas de rejeito-ligante álcali-ativado;
4. Avaliar o encapsulamento de metais da mistura rejeito-ligante álcali-ativado;
5. Avaliar o efeito de curto, médio e longo período de cura na resistência, lixiviação e microestrutura de rejeito-ligante.

1.2 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

Esta dissertação está estruturada na forma de artigo científico, compreendendo dois capítulos:

Artigo científico I que atende aos objetivos específicos 1, 2 e 3. Está intitulado de “*Mechanical and microstructural properties of iron mining tailings stabilized with alkali-activated binder produced from agro-industrial wastes*”, publicado no periódico *Scientific Reports* (<https://doi.org/10.1038/s41598-023-42999-x>)

Artigo científico II que atende aos objetivos específicos 4 e 5, está intitulado de “Resistência, lixiviação e microestrutura de rejeito de minério de ferro estabilizado com ligante álcali-ativado ao longo do tempo” submetido ao periódico *Environmental Science and Pollution Research*.

Esta dissertação está vinculada a um projeto de pesquisa, coordenado pelo Prof. Dr. Eduardo Pavan Korf (orientador) e com apoio de recursos financeiros aprovados na Chamada CNPq N° 09/2020 - Modalidade - Bolsas de Produtividade em Pesquisa.

2 ARTIGO CIENTÍFICO I

Mechanical and microstructural properties of iron mining tailings stabilized with alkali-activated binder produced from agro-industrial wastes

William Mateus Kubiaki Levandoski¹; Suéllen Tonatto Ferrazzo²; Giovani Bruschi³, Nilo Cesar Consoli⁴, Eduardo Pavan Korf^{5*}

¹Master's student, Graduate Program in Environmental Science and Technology, Universidade Federal da Fronteira Sul, Erechim, RS 99700-970, Brazil. E-mail: williankubi@gmail.com

^{2,3}Doctor in Civil Engineering, Graduate Program in Civil Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS 90035-190, Brazil. E-mail: suellenferrazzo@hotmail.com and gio.bruschi@gmail.com

⁴Associate Professor, Graduate Program in Civil Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS 90035-190, Brazil. E-mail: consoli@ufrgs.br

⁵Associate Professor, Graduate Program in Environmental Science and Technology, Universidade Federal da Fronteira Sul, Erechim, RS 99700-970, Brazil. E-mail: eduardo.korf@uffs.edu.br (corresponding author)*

Abstract: This study evaluated the stabilization of iron ore tailings (IOTs) with an alkali-activated binder (AAB) produced from sugar cane bagasse ash, hydrated eggshell lime, and sodium hydroxide solution. Unconfined compressive strength, split tensile strength, initial shear stiffness, mineralogy, chemical composition, and microstructure of IOTs-AAB were evaluated. Strength values up to 6.59 MPa were achieved after 28 days-curing at 40°C. Reducing porosity and increasing the binder content improved the overall mechanical behavior. N-A-S-H like gels were identified in IOTs-AAB mixtures. Finally, longer curing times led to more compact structures.

Keywords: Alkali-activated cement; mechanical tests; porosity/binder index; cementing gels;

Introduction

The world reserves of iron ore are around 170 billion tons. More than 2.4 billion tons of iron ore were processed in 2019, in which 36.7% correspond to the world's largest producer, Australia, followed by Brazil with 18.9%¹. However, the activities of the mining sector generate

several negative impacts (e.g., depreciation of surface water quality, vegetation suppression, intervention in permanent preservation areas, atmospheric pollution, and landscape alteration)^{2,3}. In addition to these impacts, low-frequency events such as tailing dam failures may result in devastating effects, such as the ones observed in the failures of Mariana and Brumadinho in the years of 2015 and 2019, respectively^{4,5}. Furthermore, the processing and transportation of minerals include activities that generate high amounts of greenhouse gases⁶⁻⁸ and a large volume of waste. Globally 1.4 billion tons/year of iron ore tailings (IOTs) are generated, mainly in Australia, China, and Brazil⁹. In Brazil, around 260-275 million tons of waste are generated and stored in tailing dams each year^{10,11}. Considering the high generation of mining tailings, methods that may reduce the associated risks while even monetizing these materials are growing in interest. Among these techniques, chemical stabilization is being presented as an interesting alternative¹².

Portland cement has been extensively studied on the stabilization of mining tailings, being known for improving the materials mechanical properties¹³⁻¹⁵, heavy metal immobilization¹⁶, and acid neutralization¹⁷. However, the production of conventional Portland cement demands intense consumption of energy and natural resources, while emitting a significant amount of air pollutants¹². It is estimated that the production of 1 ton of Portland cement requires 1.5 tons of raw materials (70% limestone) and generates 0.94 tons of carbon dioxide, which corresponds to 7% of the world greenhouse gas emissions¹⁸.

As an alternative to Portland cement, waste-like materials rich in aluminosilicates are being used as precursors for the production of alkali-activated binders (or alkaline types of cement)¹⁹. The alkali-activation technique can be defined as the reaction between a source of aluminosilicates under alkaline conditions²⁰, resulting in the formation of C-A-S-H (hydrated calcium aluminosilicate) or N-A-S-H (hydrated sodium aluminosilicate) gels and structures²¹. The most exploited industrial by-products are still metakaolin, blast furnace slag, steel slag and fly ash²¹⁻²⁴. Nevertheless, other sources of aluminosilicates, such as mining waste¹², ceramic powder²⁵, glass waste^{26,27} and rice husk ash²⁸ have also been used for the production of alkali-activated binders.

Different precursor materials for alkali-activation can also be presented in the form of sugar cane bagasse ash and eggshell: two agro-industrial wastes with no added value and generally disposed in landfills or inappropriate areas²⁹. Brazil is the world's largest producer of sugarcane, with an estimated production of 579 million tons in 2022³⁰. Considering that 1 ton of processed sugarcane (sugar and ethanol production) generates 300 kg of bagasse³¹, and that the burning (electricity generation) of 1 ton of this by-product results in 24 kg of ash³², it can

be inferred an annual generation of 80 thousand tons of waste in the country. This ash is considered a pozzolanic material, with silica, aluminum and iron oxide contents greater than 70%³³. On the other hand, eggshell waste is a residue produced from domestic and industrial consumption of eggs. Around 65.5 million tons of eggs are produced annually in the world, 45% by China, while Brazil is responsible for 3.4%³⁴. Considering that eggshells represent 11% of the total mass of the egg³⁵, a worldwide production of 7.2 million tons/year can be inferred. This waste corresponds to a rich source of calcium carbonate (CaCO_3) and its recycling, through calcination, creates a popularly product known as eggshell lime (CaOH_2)³⁶.

Among the different fields of application, alkali-activation has been explored as a promising methodology for stabilizing bauxite, gold, copper, nickel, zinc, platinum, iron and sulphide-rich mine tailings, showing the positive influence of longer curing periods and temperature on strength development^{12,37-43}.

Although studies are identified on mining tailings as precursor materials for alkaline activation and *in situ* applications, the stabilization of such materials still represents a field of research to be explored. Several questions required proper investigations, such as the identification of the main factors (e.g., dry unit weight, binder content, water content, and curing period) that influence the mechanical performance of the cemented materials, on the application of distinctive alkali-activated binders. In addition, an alkaline cement combining sugar cane bagasse ash and eggshell lime was never applied for mining tailings stabilization. Contributing to the advancement of this knowledge gap, this research evaluated the stabilization/solidification of iron mining tailings with an alkali-activated binder produced from sugar cane bagasse ash and hydrated eggshell lime. To this extent, unconfined compressive strength, split tensile strength, initial shear stiffness, and microstructural analyses were conducted. In addition, a rational dosage methodology was also applied.

Materials and Method

Materials

The materials applied in this research were iron ore tailings (IOTs); sugar cane bagasse ash (SCBA); hydrated eggshell lime (HEL) and sodium hydroxide (NaOH). IOTs were provided by an iron mining industry, located in the state of Minas Gerais (MG) - Brazil.

The SCBA was provided by a sugarcane processing industry, located in the state of Rio Grande do Sul (RS) Brazil. The IOTs were subjected to drying (50°C for 48h) and SCBA, drying and (50°C for 48h) sieving (200 mesh sieve, 75 μm opening). HEL was produced in the laboratory, from eggshells locally collected in Brazil. The production of HEL comprised the

following processes: washing (i), drying (50°C for 12h) (ii), milling (iii) and calcining (1050°C for 4h) (iv), hydration in distilled water (48h) (v), and sieving (75µm size) (vi)⁴⁴. NaOH was acquired from a local company of chemical reagents in Brazil. The alkali-activated binder (AAB) was composed of a SCBA/HEL ratio of 80/20, with a molar concentration of activating solution (NaOH) of 1M and respective concentration of alkalis (Na₂O) of 2.61%. Further information on the binder production can be found in the work of Araújo et al., (2023)⁴⁵.

Characterization

Materials characterization (Tables 1-2, and Figures 1-2) was evaluated by determining their specific weight of grains [D854⁴⁶; NBR 16605⁴⁷]; specific surface area (Brunauer-Emmett-Teller method - BET); Atterberg limits [D4318⁴⁸]; grain size distribution [D7928⁴⁹; laser granulometry], and chemical (X-ray fluorescence spectrometry, XRF) and mineralogical (X-ray diffraction, XRD) composition. The grain size distribution of SCBA and HEL was determined using the laser diffraction technique, in a particle size analyzer (Cilas brand, model 1064). The specific surface area of the SCBA and HEL were measured by the BET method, using the QuantaChrome equipment (model NOVA 1200e).

XRF was applied on molten samples (for major elements) and pressed samples (for minor elements), in the calibration of tabulated rock patterns, using an X-ray fluorescence spectrometer equipped with an Rh tube (Malvern Panalytical brand, model Zetiu). Loss on ignition (LOI) was performed at 1020 °C for 2 h. The XRD analyzes were carried out in an X-ray diffractometer [Siemens brand - BRUKER AXS, model D-5000 (θ -2 θ)] equipped with a Cu fixed anode tube ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), operating at 40 kV and 25 mA. The powder samples were analyzed in the angular range of 2 to 72° 2 θ in a step of 0.05°/1s. The IOTs and the SCBA were evaluated for waste classification, according to NBR 10004⁵⁰. The quantification of metals in the leached and solubilized extracts was carried out in an inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICPE - brand Shimadzu, model ICPE-9800), using standard multi-element solution ICP Certipur (brand Merck).

All materials presented a non-plastic behavior and were classified as inorganic silts (ML) according to the Unified Soil Classification [D2487⁵¹]. As for the chemical composition, IOTs were mainly composed of iron oxides (49.3%), silicon (35.1%) and aluminum (8.48%) (Table 2). SCBA was mainly composed of silicon oxides (60.65%), iron (13.83%) and aluminum (5.76%)³⁸, indicating a viable source of aluminosilicates. HEL corresponded to a rich source of calcium, equivalent to 72.9%⁵². The mineralogy of the IOTs consisted of kaolinite (Al₂Si₂O₅(OH)₄), goethite (Fe³⁺O(OH)), quartz (SiO₂) and hematite (Fe₂O₃) (Figure 2). SCBA

presented semi-crystalline phases, with the presence of quartz and hematite⁴⁵. The mineralogical composition of HEL comprises portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and calcite (CaCO_3)⁵².

Tab 1. Materials physical properties.

Property	IOT	SCBA	HEL
Liquid limit (%)	-	-	-
Plasticity limit (%)	-	-	-
Plasticity index	NP	NP	NP
Specific gravity ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	3.13	2.08	2.24
Surface area ($\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)	-	125.15	4.18
Coarse sand (%) – $0.6 \leq d < 2$ mm	0	0	0
Medium sand (%) – $0.2 \leq d < 0.6$ mm	0	0	0
Fine sand (%) – $0.06 \leq d < 0.2$ mm	48.95	8.88	0
Silt (%) – $0.002 \leq d < 0.06$ mm	30.72	90.13	93.01
Clay (%) – $d < 0.002$ mm	20.33	0.99	6.99
USCS classification	ML	ML	ML

NP – Non-plastic; ML - Inorganic silt.

Tab 2. Chemical composition of materials.

Oxides (%)	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	TiO_2	P_2O_5	Loss on ignition
IOTs	35.1	8.48	49.3	1.29	0.20	0.07	-	0.06	0.32	0.31	4.61
SCBA	60.65	5.76	13.87	0.45	1.97	1.40	0.22	2.90	4.14	1.26	7.38
HEL	0.12	0.13	0.15	-	1.17	72.9	-	-	-	-	25.14

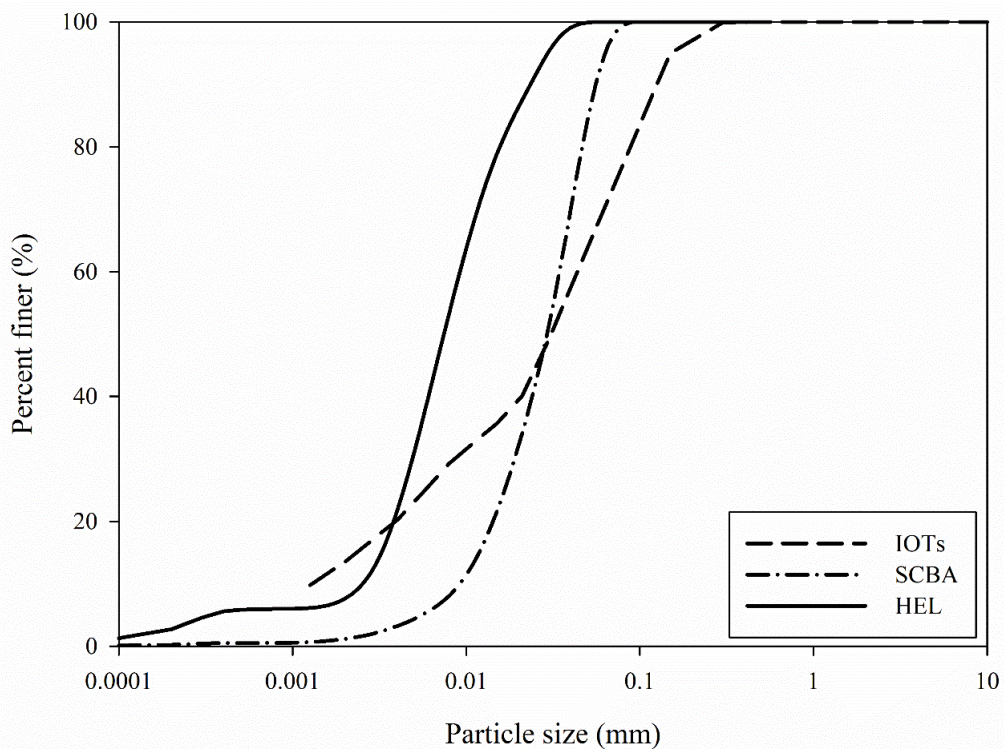


Fig 1. Grain size distribution of the materials.

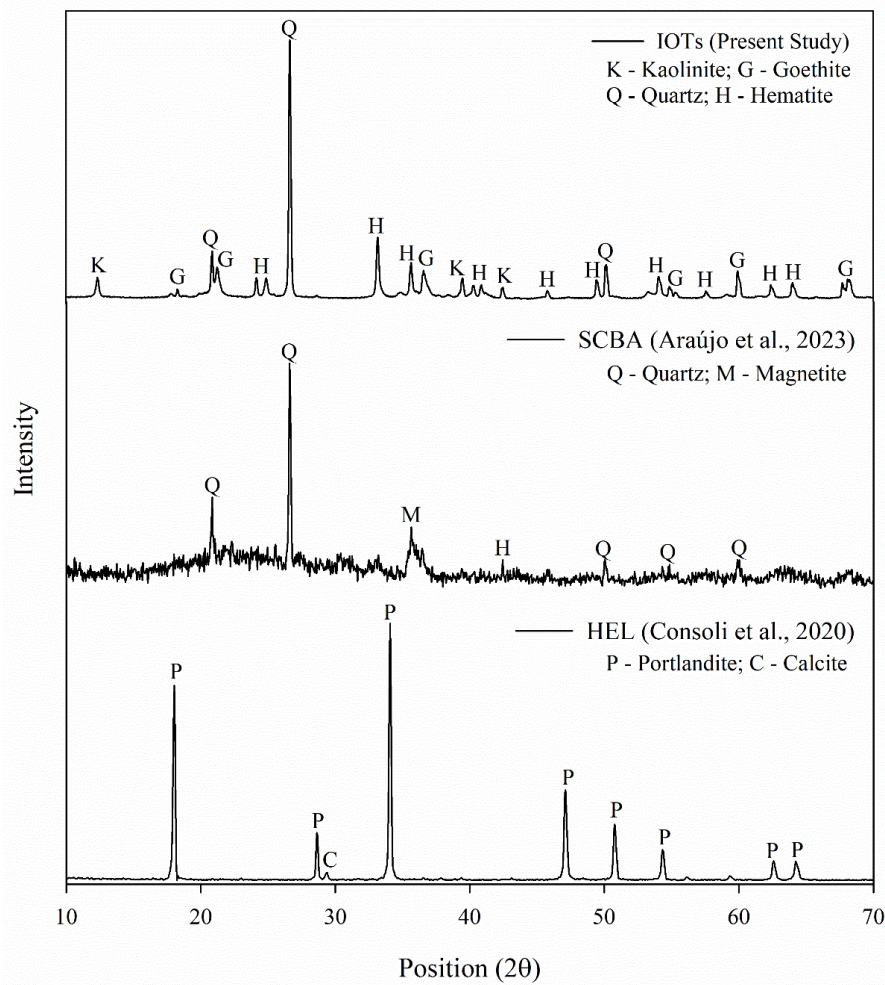


Fig 2. Mineralogical composition of IOTs, SCBA and HEL

Molding and curing procedures

For IOTs stabilization/solidification, IOTs/AAB ratios of 85/15 and 75/25 were evaluated, based on previous studies regarding the stabilization of silt-like geotechnical materials with alkali-activated binders^{26,38,41,53–57}. The dry unit weight and water content of the IOTs-AAB mixtures were defined in accordance with modified energy compaction test [D1557⁵⁸], as shown in Figure 3. To this extent, the dry unit weights (γ_d) were defined as 13.3 kN.m⁻³ and 15.3 kN.m⁻³. Likewise, to explore the influence of the initial water content (w), distinctive points were defined in the dry-side and wet-side of the compaction curve, as follows: 14.6% (corresponding to a point below the optimal water content of the mixture with 15% AAB), and 22.8% (corresponding to a point above of the optimum water content of the mixture with 25% AAB).

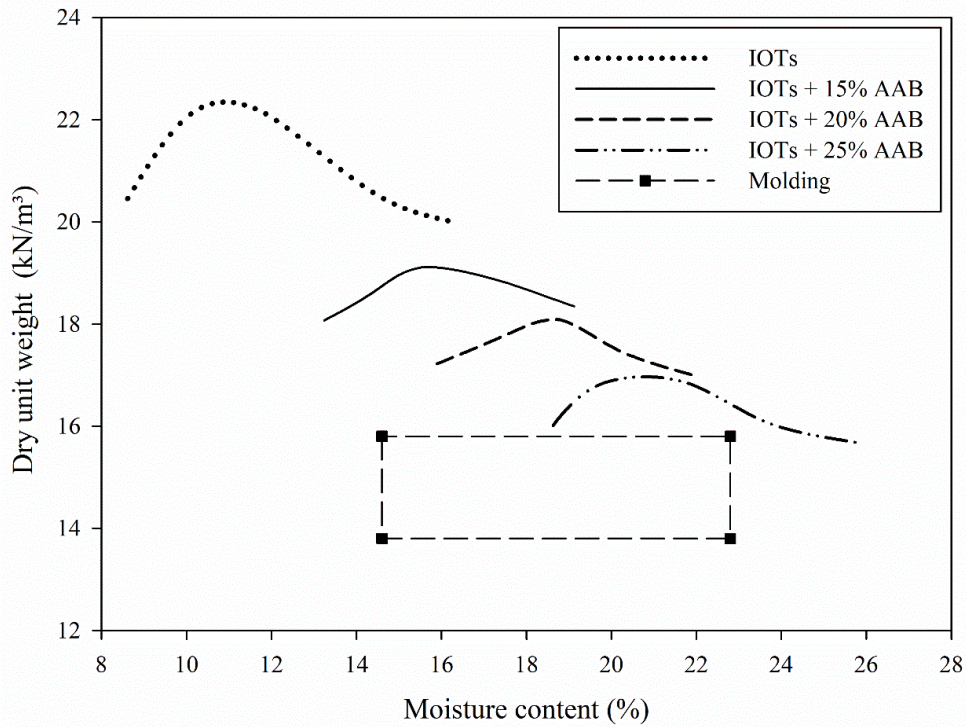


Fig 3. Compaction test IOT-ABB mixtures.

For molding of the specimens, the mixture was statically compacted in three layers in a cylindrical specimen of 50 mm in diameter and 100 mm in height. After molding, the specimens were removed from the cylindrical molds and had their weights, diameters and heights measured with precision of 0.01g and 0.1 mm, correspondingly. Afterwards, they were placed in hermetic bags, and kept at controlled temperature ($23\pm 2^{\circ}\text{C}$) and relative humidity ($95\%\pm 2\%$) [D511⁵⁹], during the predefined curing period. With 24 hours remaining for the end of curing, specimens were immersed in water to reduce suction effects, as proposed by Consoli, Rosa and Saldanha (2011)⁶⁰.

Mechanical behavior tests

Unconfined compressive strength (UCS) and split tensile strength (STS) tests followed the procedures presented in ASTM C39⁶¹ and ASTM C496⁶². Both types of tests were conducted in an automatic press with a capacity of 100 tons (Engetotus brand) and rate of displacement of 1.14 mm per minute. To determine the initial stiffness (G_0), interpreted as shear modulus at very small deformations, an ultrasonic pulse test was carried out with the aid of the PundiLab(+) instrument, in which measurements were made of the propagation times of the compression and shear waves by the cylindrical specimens. The compression wave was induced

by the vibration of transducers at a frequency of 54kHz, and the second (shearing) by the vibration of other types of transducers at 250kHz.

Design of experiments

To evaluate the unconfined compressive strength of the IOTs-AAB mixtures, a central composite factorial design with 5 factors and face-centered axial points ($\alpha=1$) was used. The combinations were performed in duplicate, with factorial (64), axial (20) and central (10) points, resulting in 94 experiments. This planning allowed evaluating the influence of controllable factors on the response variable, as well as mathematically modeling a response surface and identifying the existence of non-linearity⁶³.

The following controllable factors were evaluated: curing time (A); binder content (B); dry unit weight (C); initial water content (D) and curing temperature (E). Curing periods of 7 and 28 days were adopted in order to evaluate the mechanical behavior over time. The AAB contents, as well as the study values for initial water content and specific weight were chosen from the compaction tests (Figure 3). Curing temperatures of 23°C and 40°C were adopted considering: the first as the ambient temperature, and the second, as the maximum average temperature reached in southern Brazil⁶⁴. The factors and their coded levels are shown in Table 3.

Tab 3. Factorial design unconfined compressive strength tests.

Controllable factors	Symbol	Coded factors		
		-1	0	+1
Curing period (days)	A	7.0	17.5	28.0
Binder content (%)	B	15.0	20.0	25.0
Dry unit weight (kN.m ⁻³)	C	13.3	14.3	15.3
Water content (%)	D	14.6	18.7	22.8
Curing temperature (°C)	E	23.0	31.5	40.0

From the results obtained by the design of experiments carried out for the unconfined compressive strength tests, it was possible to create a reduced experimental planning for the split tensile strength and initial shear stiffness tests, with the curing temperature set at 23°C and the initial water content at 22.8% (representing the best combination from UCS results), resulting in a simple factorial design composed of 3 factors. The combinations were performed in duplicate, resulting in 16 experiments, for the following controllable factors: curing time (A); binder content (B); dry unit weight (C). The factors and their coded levels are shown in Table 4.

Tab 4. Factorial design split tensile strength and initial shear stiffness tests.

Controllable factors	Symbol	Coded factors	
		-1	+1
Curing period (days)	A	7.0	28.0
Binder content (%)	B	15.0	25.0
Dry unit weight (kN.m ⁻³)	C	13.3	15.3

Porosity/binder index (η/B_{iv})

The mechanical results were expressed as a function of the porosity/binder index proposed by¹³ and defined by Equations 1 and 2. Porosity (η) is a function of the dry unit weight (γ_d) and the contents of iron ore tailings (IOTs), sugarcane bagasse ash (SCBA) and hydrated eggshell lime (HEL). Each of these materials has a specific mass (γ_{sIOT} , γ_{sSCBA} , γ_{sHEL}), necessary for porosity determination (Equation 1). The binder content (B_{iv}) results from the division between the volume occupied by the SCBA and HEL and the total volume of the sample (Equation 2).

$$\eta = 100 - 100 \left\{ \left[\frac{\gamma_d}{\frac{IOTs}{100} + \frac{SCBA}{100} + \frac{HEL}{100}} \right] \left[\frac{\frac{IOTs}{100}}{\gamma_{sIOTs}} + \frac{\frac{SCBA}{100}}{\gamma_{sSCBA}} + \frac{\frac{HEL}{100}}{\gamma_{sHEL}} \right] \right\} \quad (1)$$

$$B_{iv} = \frac{V_{SCBA} + V_{HEL}}{V} = \frac{\frac{m_{SCBA}}{\gamma_{sSCBA}} + \frac{m_{HEL}}{\gamma_{sHEL}}}{V} \quad (2)$$

This index allows the unification of all experiments in a single relation, resulting in a rational dosage methodology for any cemented soil mixture, replacing trial and error conventional strategies that are laborious and time consuming. Nevertheless, the proposed equations are only valid for the cemented mixtures studied herein and functional if the boundary conditions of the applied variables are ensured.

Chemical and mineralogical analyses

The mineralogy of the mixtures with the best mechanical behavior, for different temperatures and curing times, were evaluated using XRD and FTIR (Fourier Transform Infrared) techniques. The XRD analysis of the mixtures was performed with technical specifications equal to those described in the item ‘‘Characterization’’. The FTIR spectra analyzed Chemical bonds and was conducted in a Perkin Elmer FTIR Spectrometer (model Spectrum 1000) within the range of 4000–40000 cm⁻¹ and at a resolution of 4 cm⁻¹.

Microstructural evaluation

The microstructure of the mixtures with the best mechanical behavior, for different temperatures and curing times, were evaluated using SEM (Scanning Electron Microscopy) technique. The SEM of the mixtures was performed in a scanning electron microscope (Tescan brand, model Vega 3), using the SE (Secondary electrons) with magnification of 10,000 times, electron beam of 10kV, and gold-coated samples.

Results and Discussion

Unconfined compressive strength

Figure 4 presents the evaluation of the significance of the controllable factors (represented by letters A, B, C, D, and E), and the interactions between these factors (represented by combinations of letters) over the unconfined compressive strength (q_u). It is noted that the q_u of the IOTs-AAB mixtures is significantly influenced (p -value <0.05) by all controllable factors and several second-order interactions (e.g. BE, CE, and BC). Binder content (B) and dry unit weight (C) are the factors that exert the greatest influence on q_u , followed by curing temperature (E), curing time (A) and initial water content (D). In the main effects plot (Figure 5), all the controllable factors significantly influence in a positive way the q_u of the IOT-AAB mixtures. In other words, the increase of the factor level results in the maximization of the strength. In addition, except for the curing temperature factor, all factors exert a linear influence on q_u .

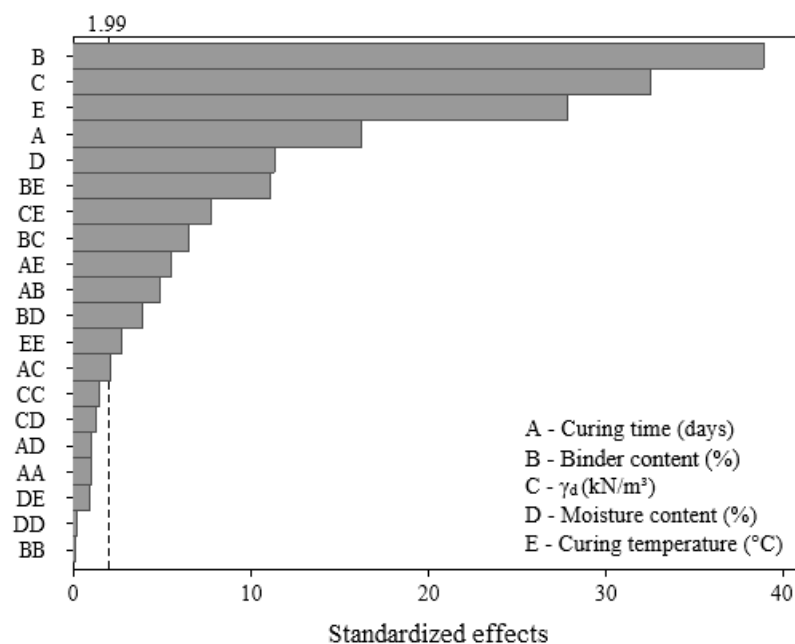


Fig 4. Pareto chart of q_u for IOT-AAB.

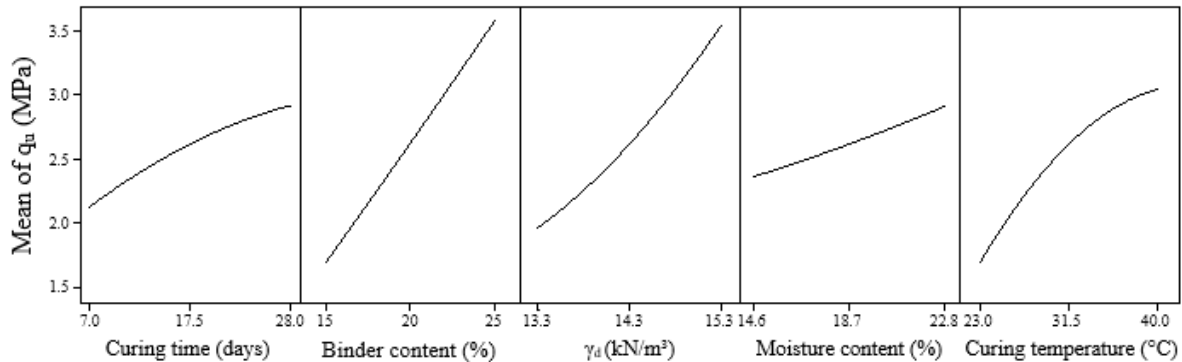


Fig 5. Main effects plot of q_u for IOTs-AAB.

The curing time factor (A) positively influences the quality of IOTs-AAB mixtures, in which cementitious products continue to form over time, contributing to strength development. Similar results were also observed in soil stabilization/solidification works with different alkali-activated binders^{38,40}. The increase in the binder content factor (B) promoted the precipitation of a greater amount of cementing products, directly contributing to the maximization of q_u . In this system, the development of cementing reactions is intensified, due to the alkaline activation process, the binder content exerts greater influence when compared to the dry unit weight (Figure 4). This observation is corroborated by results of work on stabilization of mining tailings using alkali-activated binders^{38,40,41}. Higher levels on the dry unit weight factor (C) promoted greater contact points between the particles of the IOTs-AAB mixtures, due to the lower porosity, enhancing a greater mobilization of friction and interlocking, directly contributing to the increase in strength.

In alkali-activated systems, such as IOTs-AAB, the initial water content (D) acts as a mean for the condensation-polymerization reactions to occur, requiring a minimum amount of water for the formation of cementing products, ranging according to the precursors and activators used in the process^{65,66}. In this work, SCBA is a material that has a high specific surface area (Table 1), with a high water absorption capacity. Thus, the initial water content variation from 14.6% to 22.8% was an important factor for the alkaline activation process in the IOTs-AAB system. The increase in curing temperature (E), from 23°C to 40°C, acted as a catalyst for the dissolution reaction of aluminosilicates, accelerating the formation of cementing gels and making it possible to obtain greater strength in a shorter period of time. Bhagath Singh and Subramaniam (2019)⁶⁷ report similar results with alkali-activated cementing binders, in which the increase in the rate of the dissolution process and consequent improvement in the

mechanical behavior was verified with the increase in the curing temperature (from 25°C to 40°C).

The q_u results were also correlated with the η/B_{iv} index, as shown in Figure 6. In general, the IOTs-AAB treatments cured for 7 days at 40°C showed average strength higher than specimens cured for 7 days at 23°C and specimens cured for 28 days at 23°C. The best IOTs-AAB treatment (25% AAB, 22.8% water content and 15.3 kN.m⁻³ dry unit weight) reached an average q_u of 6.59 MPa for 28 days curing at 40°C, representing an increase of 110% compared to 7 days curing at 23°C specimens (3.14 MPa).

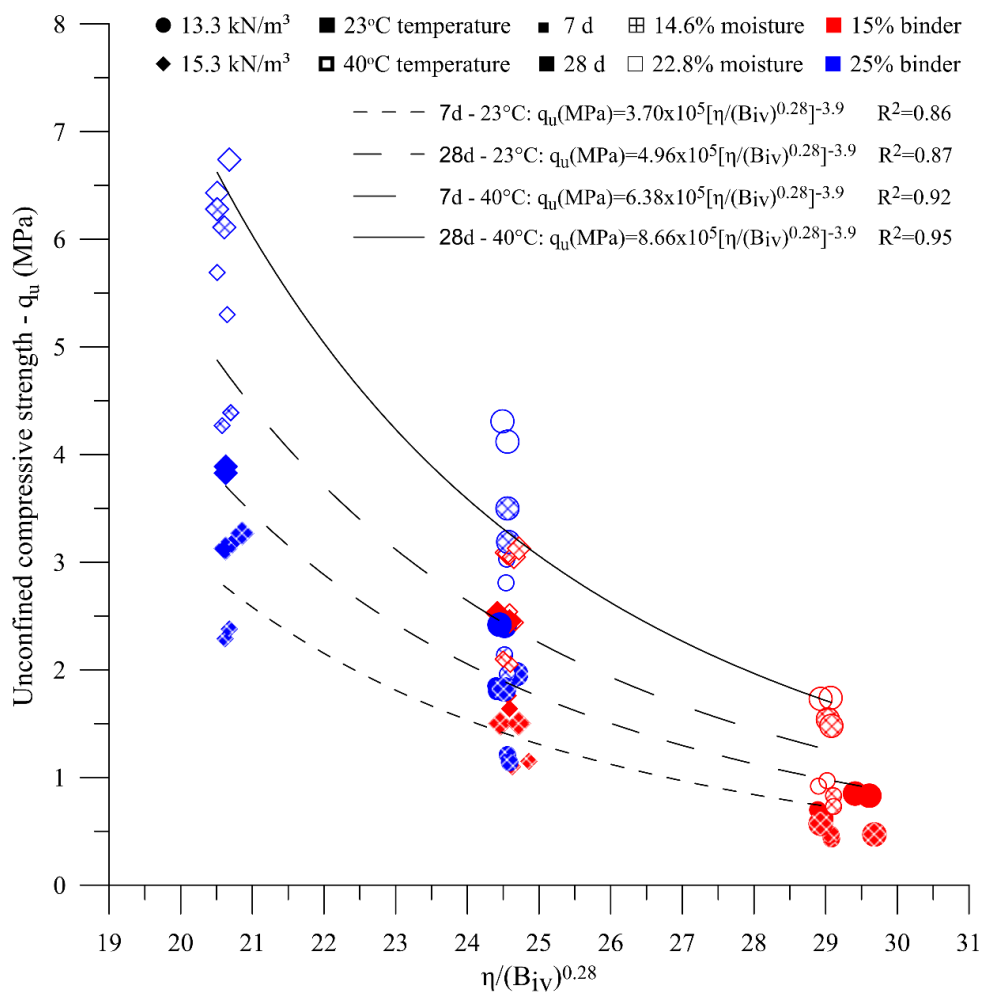


Fig 6. q_u versus η/B_{iv} for IOT-AAB.

An exponent of 0.28 was applied to the B_{iv} parameter (Figure 6). This exponent was chosen considering that it represents the best adjustment to the results of unconfined compressive strength, in line with studies on the stabilization of mining tailings with alkali-activated binders³⁸⁻⁴⁰. The relationships between the experimental data and the $\eta/B_{iv}^{0.28}$ index showed good coefficients of determination (R^2), ranging from 0.86 to 0.95. These coefficients

suggest the feasibility of the index for predicting the q_u of the IOTs-AAB mixtures. The reduction in the $\eta/B_{iv}^{0.28}$ index led to an increase in strength; through this index it becomes possible to choose the most appropriate solution to achieve the strengths of interest: reducing porosity (increasing the compaction of the mixture) or increasing the binder content for IOT stabilization/solidification. Considering that the DNIT 143 standard⁶⁸ requires a minimum unconfined compressive strength of 2.1 MPa for soil-cement pavement bases cured for 7 days at 23°C, a $\eta/B_{iv}^{0.28}$ of 22.1 (Eq. 7d-23°C, Figure 6) for IOT-AAB mixtures would be necessary to fulfill this requirement.

Split tensile strength

Similar to unconfined compressive strength results, the split tensile strength of the IOTs-AAB mixtures seems (Figure 7) to be more significantly influence by binder content (A), followed by dry unit weight (C) and curing period (B), as well as second order interactions (AC and BC). Along these lines, Figure 8 depicts the main effects plot, showing that the increase in all main factors positively influence the response variable (i.e., split tensile strength).

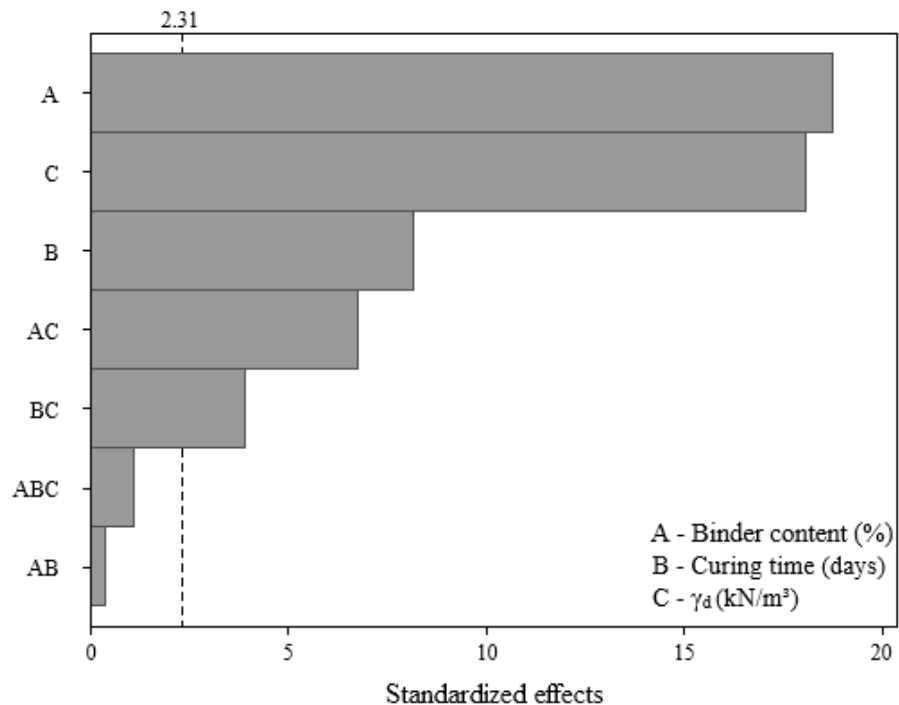


Fig 7. Pareto chart of q_t for IOTs-AAB.

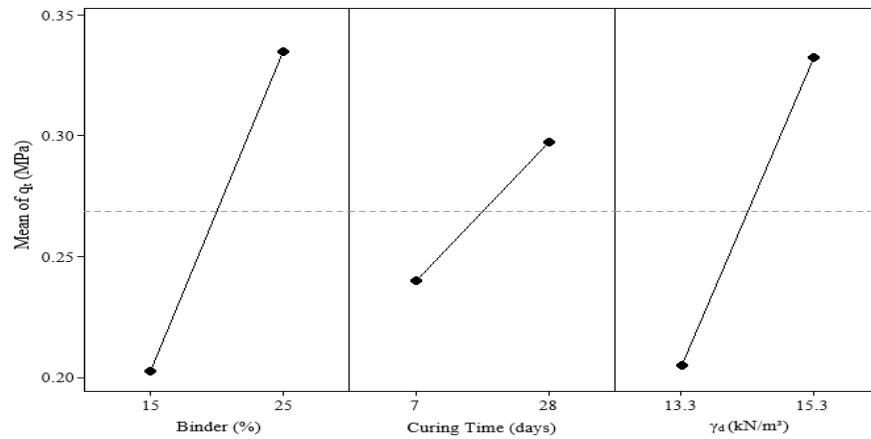


Fig 8. Main effects plot of q_t for IOTs-AAB.

Higher q_t values were achieved in IOTs-AAB mixtures with higher binder content, dry unit weight and curing time, reaching an average strength of 0.42 MPa after 28 days at 23°C. The explanations behind the influence of the aforementioned factors on the q_t are the same as the ones presented for q_u . This statement is supported by the data shown in Figure 9, in which a linear correlation was obtained between q_u and q_t , with R^2 of 0.98. The strength ratio (q_t/q_u) was 0.12, i.e., q_t corresponds to 12% of the q_u for IOT-AAB mixtures. This value is aligned with previous values found in the literature for cemented soils^{29,45}.

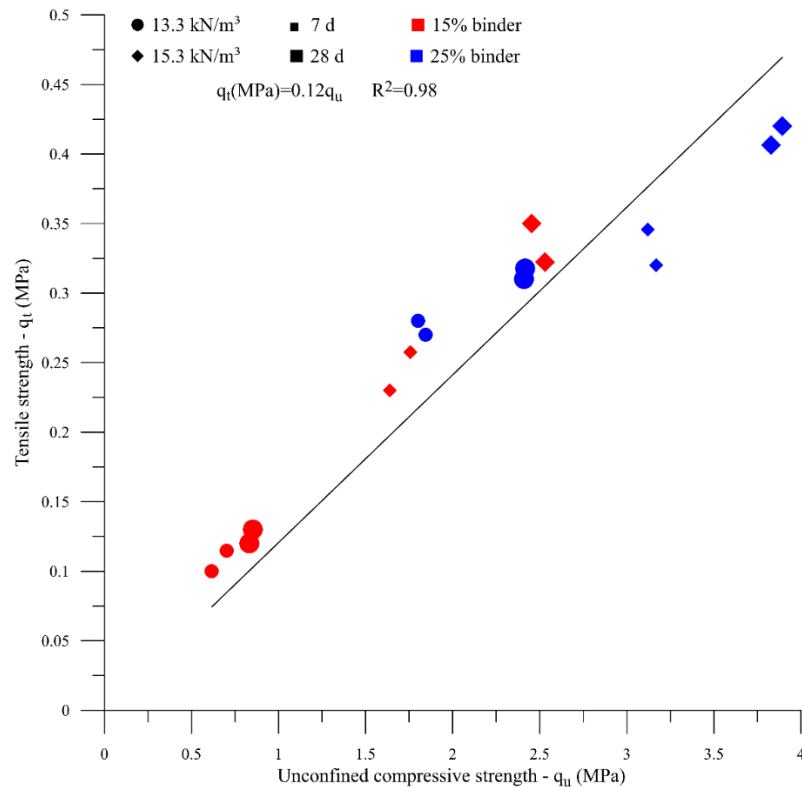


Fig 9. q_u versus q_t for IOT-AAB mixtures.

Figure 10 shows that the reduction of the porosity/binder index resulted in higher q_t . The AAB equations that relate the experimental data and the $\eta/B_{iv}^{0.28}$ index showed coefficients of determination of 0.82 and 0.78, indicating the viability of using the index to predict the q_t for IOT-AAB.

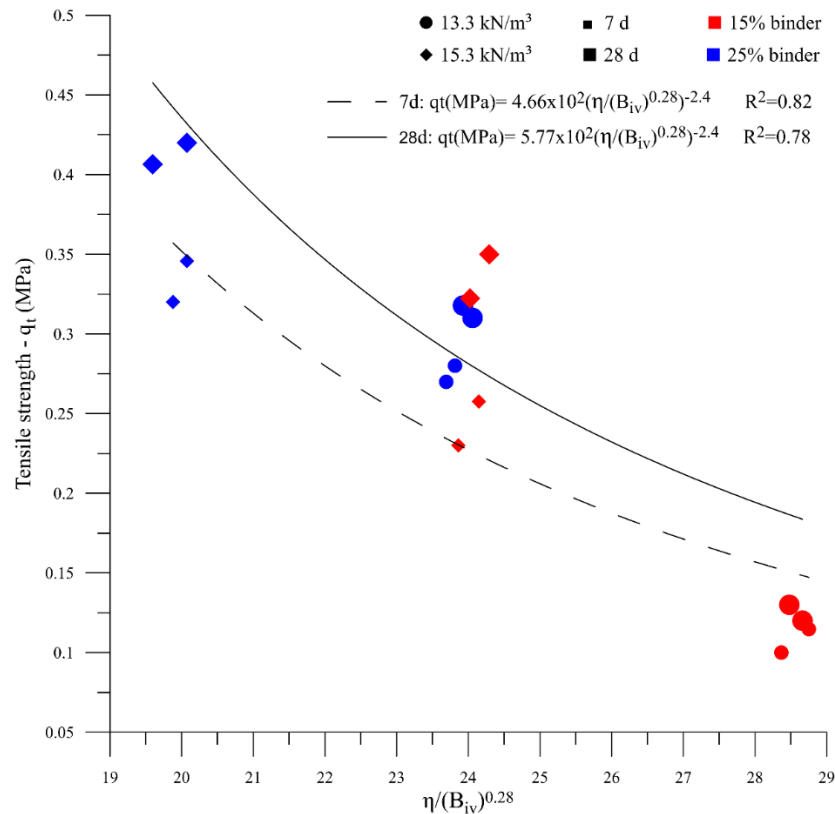


Fig 10. q_t versus η/B_{iv} for IOT-AAB.

Initial shear stiffness

The Pareto chart (Figure 11) for initial shear stiffness results shows that all controllable factors significantly influence the response variable. Regarding the magnitude of this influence, the following order (from higher to lower) was observed: dry unit weight (C), curing period (B), and binder content (A). The main effect plot of initial shear stiffness (Figure 12) also indicates that the increase in all main factors leads to an improvement on the response variable, such as the case of unconfined compressive strength and split tensile strength results. The influence of controlled factors on the G_0 depicts a qualitatively similar trend as for q_u of the IOTs-AAB mixtures; this statement is supported by Figure 13, in which a linear correlation was obtained between q_u and G_0 , with R^2 of 0.96. Thus, it is expected that higher unconfined compressive strength values will be reached by IOTs-AAB mixtures that are initially stiffer.

This correlation between mechanical responses (q_u and G_0) was also observed in other studies on soil stabilization with alkali-activated binders^{26,69}.

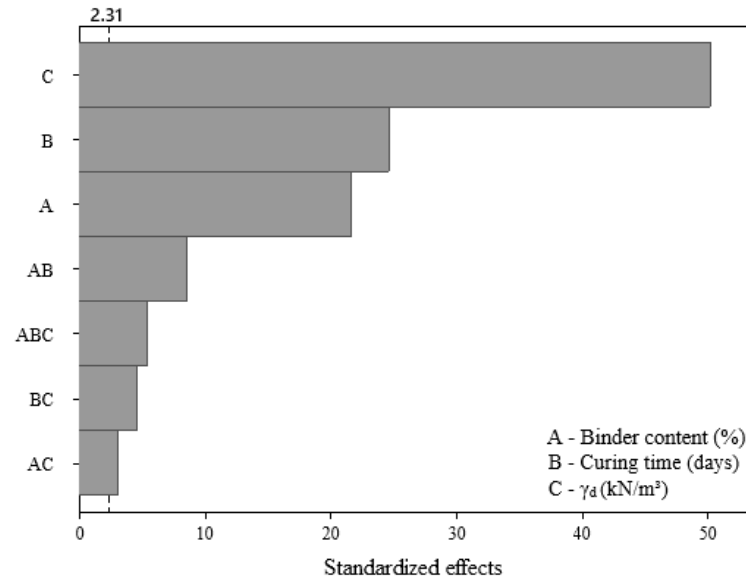


Fig 11. Pareto chart of G_0 for IOTs-AAB.

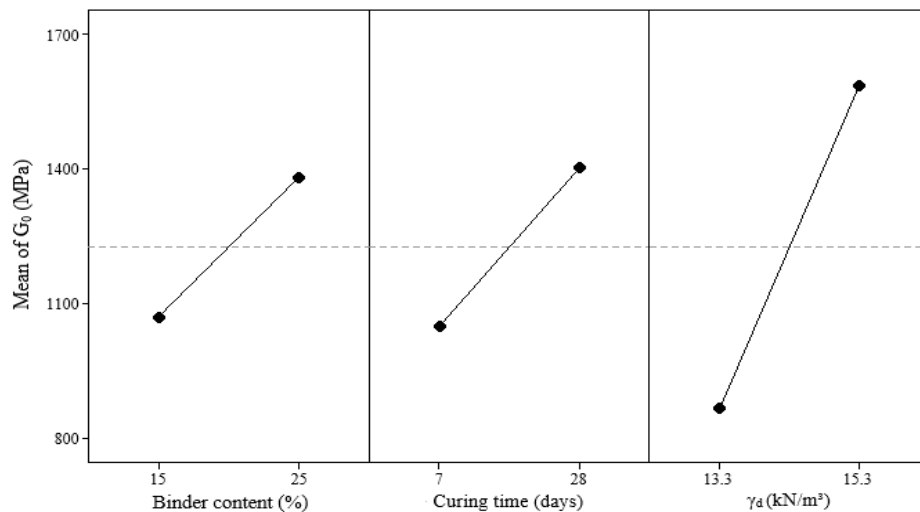


Fig 12. Main effects plot of G_0 for IOTs-AAB.

Figure 14 shows that the reduction in the porosity/binder content ratio led to higher values of G_0 , reaching an average stiffness of 2073.7 MPa after 28 days at 23°C. This behavior was also observed in clayey soil⁴⁵ and mining tailings^{38,40} stabilized with alkaline cements. The relationships between experimental data and $\eta/B_{iv}^{0.28}$ showed satisfactory R^2 values (0.71 and 0.91), indicating that the porosity/binder index is an adequate parameter for predicting the initial stiffness of IOTs-AAB mixtures.

Regarding the mechanical responses, q_u , q_t and G_0 of the IOT-AAB mixtures are significantly influenced by all controllable factors, mainly by binder content and dry unit weight. Furthermore, the curing temperature has an important influence on the strength of the cemented material. The results of strengths and initial stiffness showed that IOT-AAB presents mechanical behavior considered satisfactory.

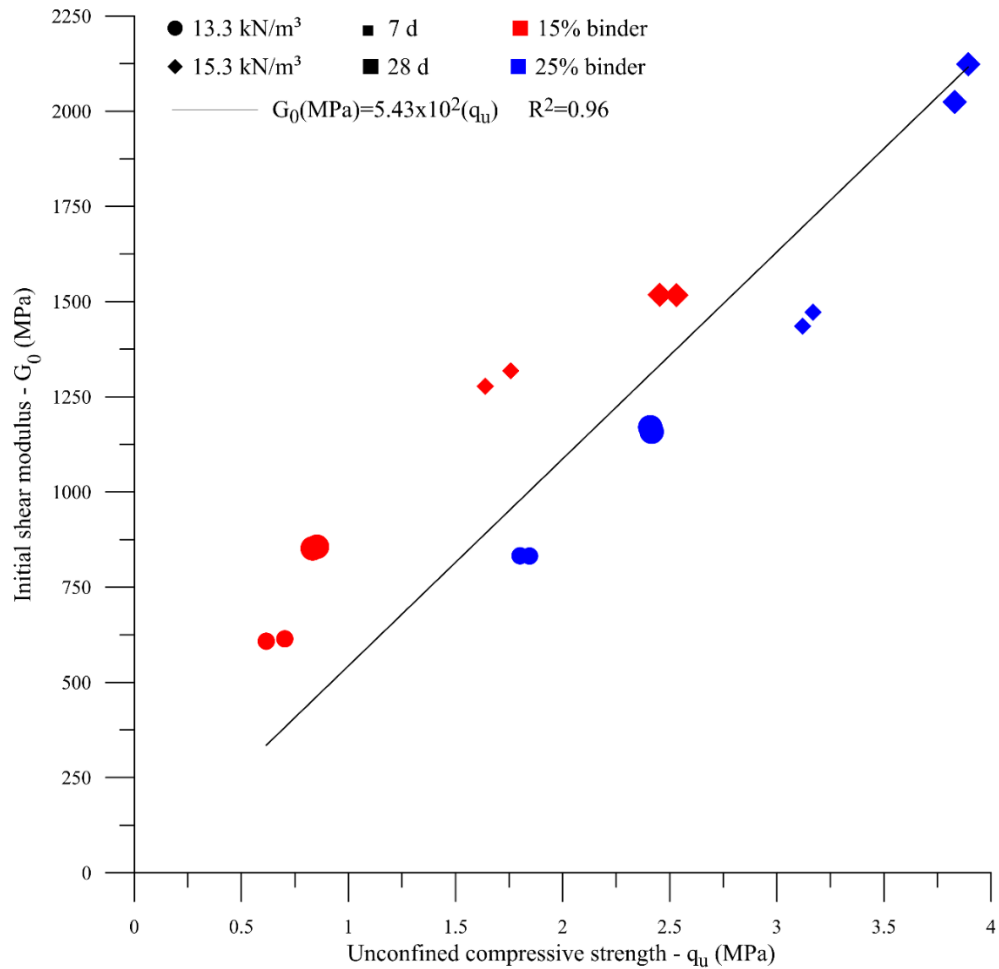


Fig 13. q_u versus G_0 for IOT-AAB mixtures.

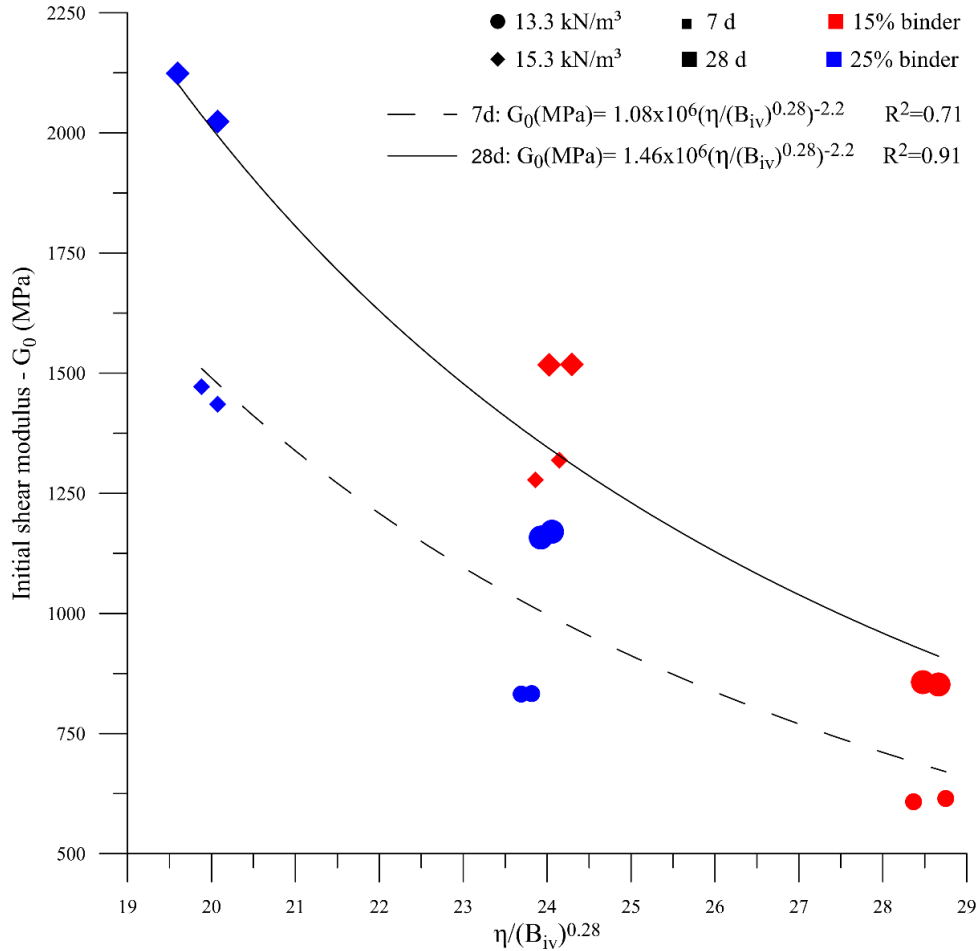


Fig 14. G_0 versus η/B_{iv} for IOT-AAB.

Mineralogy

Figure 15 shows the diffractograms of the IOTs-AAB mixture with the best mechanical behavior (25% binder content, 22.8% water content and 15.3 kN.m⁻³ dry unit weight), for different curing periods (7 and 28 days) and temperatures (23 and 40°C). The samples present a mineralogy composed of semi-crystalline and crystalline phases, which share the presence of kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) and goethite ($\text{Fe}^{3+}\text{O}(\text{OH})$) (present in the IOTs), quartz (SiO_2) and hematite (Fe_2O_3) (from IOTs and SCBA) and portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) (from HEL). It is also observed that portlandite is being consumed due to interactions with aluminosilicates, over time (7 to 28 days) and curing temperature (23 to 40°C), forming a cementitious product, which corroborates the influence of these factors observed on the mechanical behavior of the IOTs-AAB mixtures. In all samples, the presence of amorphous phases was detected, which corresponds to N-A-S-H gel within the 2θ angular range of 20-35°⁷⁰. XRD analysis provided qualitative information that was later confirmed using FTIR.

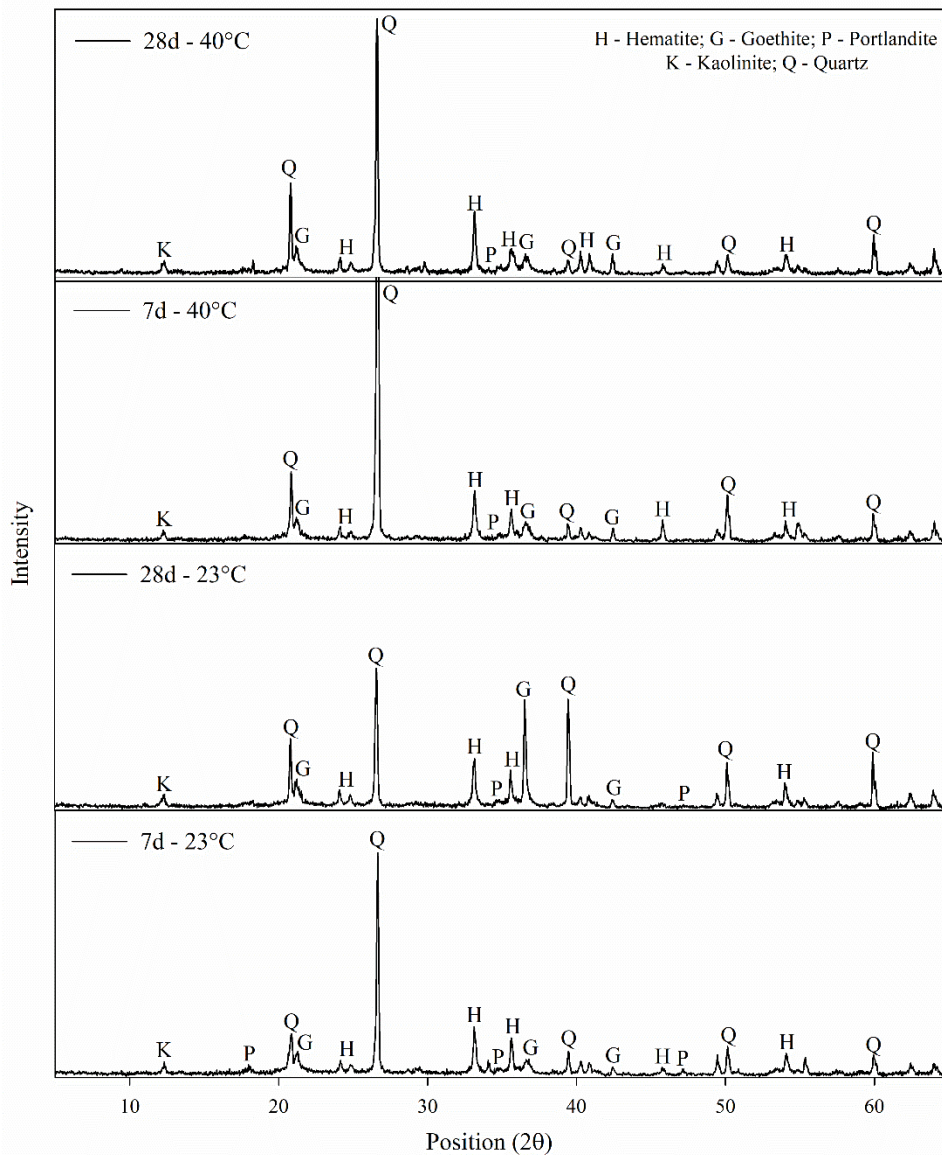


Fig 15. Diffractograms of IOTs-AAB mixtures.

From the FTIR analysis (Figure 16) it was possible to evaluate the chemical compounds present in the IOTs-AAB mixtures, further corroborating the qualitative information provided by the XRD results. Peaks 3619 and 3696 cm^{-1} are observed for both samples. According to⁷¹, this band range is attributed to the O-H stretching linked to the residual modes of kaolinite, goethite, axial asymmetric and symmetric Al-O-H and tetrahedral Al. The 3651 cm^{-1} band corresponds to portlandite⁷² corroborating the verification of the mineral in the diffractograms of the IOTs-AAB mixtures (Fig. 15). The presence of this mineral indicates that there is still portlandite to be consumed in the cementing gel formation reactions. The bands between 3440 and 3443 cm^{-1} are associated with stretching vibrations of water molecules (H-O-H bond). The

region of the absorption band between 1627-1638 cm^{-1} indicates the H-O-H bending vibration⁷³.

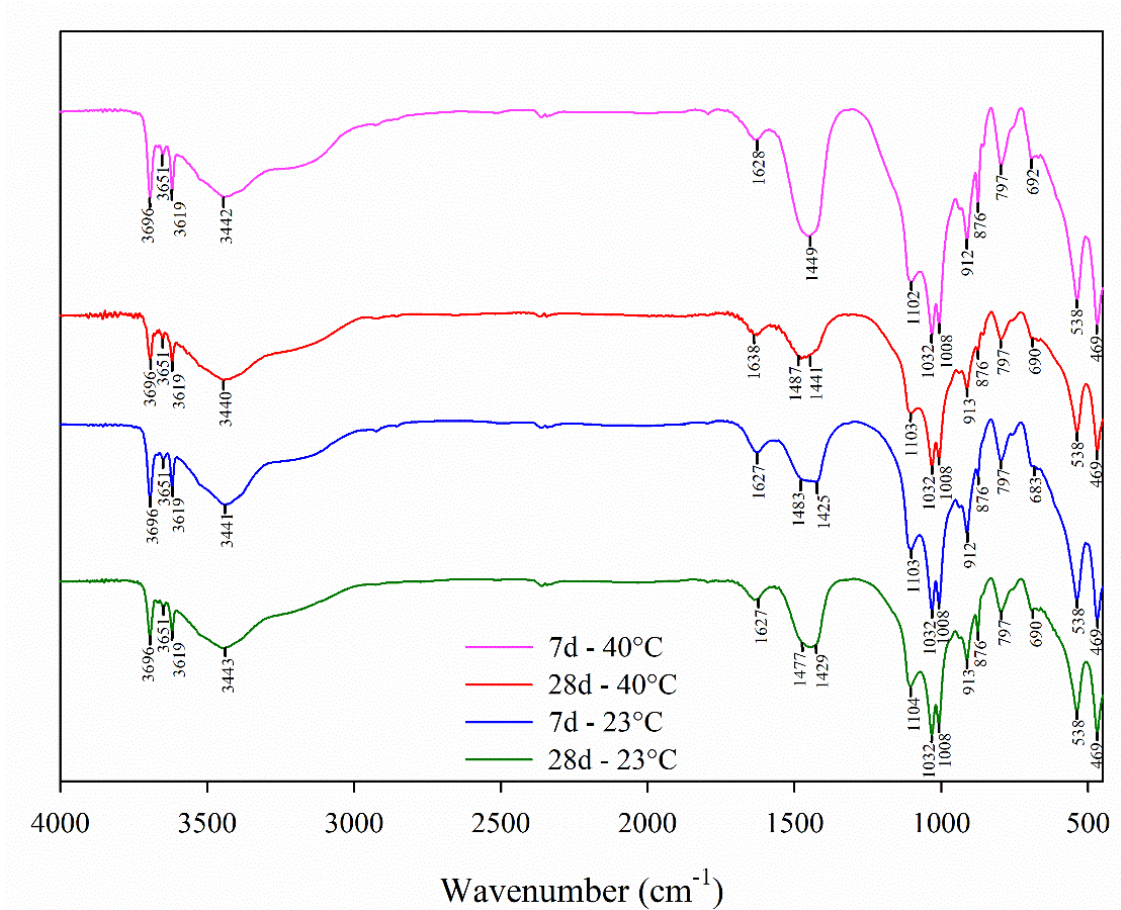


Fig 16. FTIR spectra of IOTs-AAB mixtures.

The absorption band between peaks 1002 and 1004 cm^{-1} may be related to asymmetric stretching vibrations of Si-O bands present in the samples⁷⁴. The bands at 1008, 797 and 469 cm^{-1} are related to the elongation vibration of Fe-O-H bonds attributed to goethite and in the same sense, the lower elongation band at 538 cm^{-1} is associated with the presence of hematite with identical bonds^{28,72}. The elongation in the 876 cm^{-1} band can represent a Si-O-H bending mode or Al tetrahedral bending⁷⁵ both elements that make up the majority of the base materials ratio of the IOT-AAB mixture. The bands between 683 and 692 cm^{-1} show characteristics of symmetrical vibration of quartz Si-O-T bonds^{28,74}. The bands around 1425-1487 cm^{-1} refer to the elongation of the C-O bonds, resulting in calcined and untreated geopolymer specimens due to the inevitable formation of carbonate from the reaction of alkali metal oxide (NaOH) with the ambient air^{71,76}. The band at 1032 cm^{-1} (present in all samples) corresponds to asymmetric

stretching vibrations of Si-O-T (T = Al, Fe or Si), characteristics of the presence of N-A-S-H gel^{71,76}.

Microstructure

From the SEM images (Figure 17), the mixture with the lowest temperature and curing time (Figures 17a) showed a greater ratio of points containing voids between the particles in relation to the other IOTs-AAB mixtures (Figures 17b-c-d). This observation can be related to the chemical reactions of the formed cementing gel (N-A-S-H gel) from the AAB with the IOTs particles under high temperatures and curing times, thus filling the voids, and corroborating the increase in strength observed in the mechanical results (Figure 6).

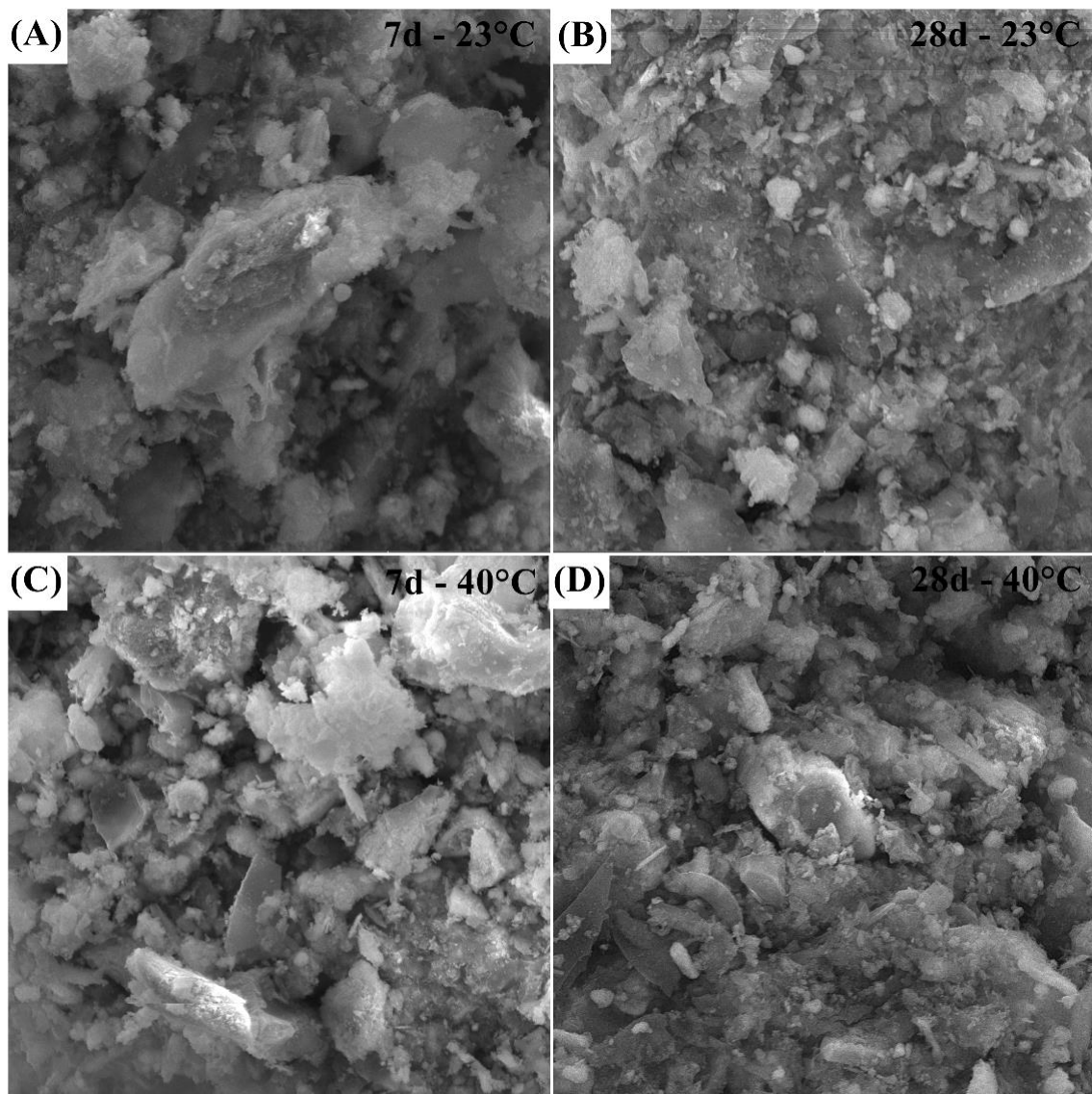


Fig 17. SEM images of IOTs-AAB (10kx magnification): (a) 7d – 23°C, (b) 28d – 23°C, (c) 7d – 40°C, (d) 28d – 40°C.

The results of microstructural analyses (XRD, FTIR, and SEM) revealed the formation of the N-A-S-H gel and its distribution in the cemented matrix. These findings justify the increases in strengths and initial stiffness of the IOT-AAB mixtures, demonstrating the efficiency of the alkaline cement in stabilizing/solidifying mining tailings.

Conclusions

From the tests and analyzes carried out in this research, the following final considerations are presented:

- a) The unconfined compressive strength, split tensile strength, and initial shear stiffness of the IOTs-AAB mixtures were significantly influenced by all the evaluated factors, mainly by binder content and dry unit weight. Furthermore, increasing the curing temperature from 23°C to 40°C resulted in the maximization of unconfined compressive strength due to the acceleration of chemical reactions;
- b) Mixtures with higher unconfined strength also presented in higher split tensile strength and initial shear stiffness, indicating a direct correlation between strength and stiffness for all studied combinations;
- c) $\eta/B_{iv}^{0.28}$ index proved to be an adequate parameter to evaluate the stabilization/solidification of IOTs regarding unconfined compressive strength, split tensile strength, and initial shear stiffness. This index allowed the unification of the results in a single relation, replacing trial and error conventional strategies that normally are laborious and time-consuming;
- d) The microstructural analysis showed that increasing the temperature and curing time of IOTs-AAB mixtures, increases the consumption of portlandite from HEL, enhancing the formation of the cementing gel (N-A-S-H). The increase in curing period also led to a reduction in the voids of the mixtures, corroborating the behavior observed in the mechanical results.

Acknowledgments

The authors also wish to express their gratitude to UFFS, CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) and CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) for supporting the research group.

Authors' contributions

All authors contributed to the study conception and design. Material preparation, data collection and analysis were performed by William Mateus Kubiaki Levandoski and Suéllen Tonatto Ferrazzo. The first draft of the manuscript was written by William Mateus Kubiaki Levandoski, Suéllen Tonatto Ferrazzo, and Giovani Jordi Bruschi. All authors commented on previous versions of the manuscript. All authors read and approved the final manuscript. In addition, Nilo Consoli and Eduardo Pavan Korf were also responsible for the supervision.

References

1. De Jesus, C. A. G. & Joaquina, L. G. Sumário Brasileiro Mineral 2020: Ferro. *Agência Nac. Mineração* 1–3 (2020).
2. Yang, L. *et al.* Systematic review of mixing technology for recycling waste tailings as cemented paste backfill in mines in China Systematic review of mixing technology for recycling waste tailings as cemented paste backfill in mines in China. **26**, 1206–1216 (2023).
3. Yang, L., Li, J., Jiao, H., Wu, A. & Yin, S. Research on the Homogenization Evaluation of Cemented Paste Backfill in the Preparation Process Based on Image Texture Features. *Minerals* **12**, (2022).
4. Freitas, C. M. & Da Silva, M. A. Work accidents which become disasters: Mine tailing dam failures in Brazil. *Rev. Bras. Med. do Trab.* **17**, 21–29 (2019).
5. Carmo, F. F. do *et al.* Fundão tailings dam failures: the environment tragedy of the largest technological disaster of Brazilian mining in global context. *Perspect. Ecol. Conserv.* **15**, 145–151 (2017).
6. Gan, Y. & Griffin, W. M. Analysis of life-cycle GHG emissions for iron ore mining and processing in China—Uncertainty and trends. *Resour. Policy* **58**, 90–96 (2018).
7. Haque, N. & Norgate, T. *Life cycle assessment of iron ore mining and processing. Iron Ore: Mineralogy, Processing and Environmental Sustainability* (Elsevier Ltd., 2015). doi:10.1016/B978-1-78242-156-6.00020-4.
8. Kumar Katta, A., Davis, M. & Kumar, A. Assessment of greenhouse gas mitigation options for the iron, gold, and potash mining sectors. *J. Clean. Prod.* **245**, 118718 (2020).
9. Carmignano, O. R. *et al.* Iron Ore Tailings: Characterization and Applications. *J. Braz. Chem. Soc.* **32**, 1895–1911 (2021).
10. Dauce, P. D., Castro, G. B. De, Lima, M. M. F. & Lima, R. M. F. Characterisation and magnetic concentration of an iron ore tailings. *J. Mater. Res. Technol.* **8**, 1052–1059 (2019).

11. Han, G. *et al.* Application of Iron Ore Tailings and Phosphogypsum to Create Artificial Rockfills Used in Rock-Filled Concrete. *Buildings* **12**, (2022).
12. Obenaus-Emler, R., Falah, M. & Illikainen, M. Assessment of mine tailings as precursors for alkali-activated materials for on-site applications. *Constr. Build. Mater.* **246**, 118470 (2020).
13. Consoli, N. C., da Silva, A. P., Nierwinski, H. P. & Sosnoski, J. Durability, strength, and stiffness of compacted gold tailings - cement mixes. *Can. Geotech. J.* **55**, 486–494 (2018).
14. Gorakhki, M. H. & Bareither, C. A. Unconfined Compressive Strength of Synthetic and Natural Mine Tailings Amended with Fly Ash and Cement. *J. Geotech. Geoenvironmental Eng.* **143**, 1–14 (2017).
15. Ouellet, S., Bussière, B., Aubertin, M. & Benzaazoua, M. Microstructural evolution of cemented paste backfill: Mercury intrusion porosimetry test results. *Cem. Concr. Res.* **37**, 1654–1665 (2007).
16. Misra, M., Yang, K. & Mehta, R. K. Application of fly ash in the agglomeration of reactive mine tailings. *J. Hazard. Mater.* **51**, 181–192 (1996).
17. Kefeni, K. K., Msagati, T. A. M. & Mamba, B. B. Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review. *J. Clean. Prod.* **151**, 475–493 (2017).
18. Stafford, F. N., Raupp-Pereira, F., Labrincha, J. A. & Hotza, D. Life cycle assessment of the production of cement: A Brazilian case study. *J. Clean. Prod.* **137**, 1293–1299 (2016).
19. Krivenko, P. Why alkaline activation - 60 years of the theory and practice of alkali-activated materials. *J. Ceram. Sci. Technol.* **8**, 323–333 (2017).
20. Provis, J. L. Alkali-activated materials. *Cem. Concr. Res.* **114**, 40–48 (2018).
21. García Lodeiro, I., Macphee, D. E., Palomo, A. & Fernández-Jiménez, A. Effect of alkalis on fresh C-S-H gels. FTIR analysis. *Cem. Concr. Res.* **39**, 147–153 (2009).
22. Manjunath, R., Narasimhan, M. C., Shashanka, M., Vijayanand, S. D. & Vinayaka, J. Experimental studies on shear strength characteristics of alkali activated slag concrete mixes. *Mater. Today Proc.* (2019) doi:10.1016/j.matpr.2019.11.015.
23. Mobili, A., Telesca, A., Marroccoli, M. & Tittarelli, F. Calcium sulfoaluminate and alkali-activated fly ash cements as alternative to Portland cement: study on chemical, physical-mechanical, and durability properties of mortars with the same strength class. *Constr. Build. Mater.* **246**, 118436 (2020).

24. Sargent, P. *The development of alkali-activated mixtures for soil stabilisation. Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes* (Woodhead Publishing Limited, 2015). doi:10.1533/9781782422884.4.555.
25. Lotero, A., Moncaleano, C. J. & Consoli, N. C. *Alkali-activated red ceramic wastes-carbide lime blend: An alternative alkaline cement manufactured at room temperature. Journal of Building Engineering* vol. 65 (2023).
26. Consoli, N. C. *et al.* Lime–Ground Glass–Sodium Hydroxide as an Enhanced Sustainable Binder Stabilizing Silica Sand. *J. Geotech. Geoenvironmental Eng.* **147**, 06021011 (2021).
27. Cristelo, N., Rivera, J., Miranda, T. & Fernández-Jiménez, A. Stabilisation of a plastic soil with alkali activated cements developed from industrial wastes. *Sustain.* **13**, (2021).
28. Queiroz, L. C. *et al.* Alkali-activated system of carbide lime and rice husk for granular soil stabilization. *Proc. Inst. Civ. Eng. Gr. Improv.* (2022) doi:10.1680/jgrim.21.00048.
29. Ferrazzo, S. T. *et al.* Mechanical and environmental behavior of waste foundry sand stabilized with alkali-activated sugar cane bagasse ash-eggshell lime binder. *Constr. Build. Mater.* **383**, (2023).
30. Companhia Nacional de Abastecimento - CONAB. Acompanhamento da safra brasileira: Cana de açúcar - safra 2022/2023. *Companhia Nacional de Abastecimento* 5875 (2022).
31. Lyra, G. P., Borrachero, M. V., Soriano, L., Payá, J. & Rossignolo, J. A. Comparison of original and washed pure sugar cane bagasse ashes as supplementary cementing materials. *Constr. Build. Mater.* **272**, 122001 (2021).
32. Moretti, J. P., Sales, A., Almeida, F. C. R., Rezende, M. A. M. & Gromboni, P. P. Joint use of construction waste (CW) and sugarcane bagasse ash sand (SBAS) in concrete. *Constr. Build. Mater.* **113**, 317–323 (2016).
33. Sultana, M. S. & Rahman, A. Characterization of Calcined Sugarcane Bagasse Sugarcane Waste Ash for Industrial Use. in *International Conference on Mechanical, Industrial and Materials Engineering 2013* 508–513 (2013).
34. Vandeginste, V. Food waste eggshell valorization through development of new composites: A review. *Sustain. Mater. Technol.* **29**, e00317 (2021).
35. Feng, Y. *et al.* Preparation and Characterization of Polypropylene Carbonate Bio-Filler (Eggshell Powder) Composite Films. *Int. J. Polym. Anal. Charact.* **19**, 637–647 (2014).
36. Saldanha, R. B., da Rocha, C. G., Caicedo, A. M. L. & Consoli, N. C. Technical and environmental performance of eggshell lime for soil stabilization. *Constr. Build. Mater.*

- 298**, 123648 (2021).
37. Kiventerä, J. *et al.* Alkali activation as new option for gold mine tailings inertization. *J. Clean. Prod.* **187**, 76–84 (2018).
 38. Bruschi, G. J. *et al.* Green Stabilization of Bauxite Tailings: Mechanical Study on Alkali-Activated Materials. *J. Mater. Civ. Eng.* **33**, 06021007 (2021).
 39. Bruschi, G. J., Santos, C. P. Dos, Ferrazzo, S. T., Araújo, M. T. De & Consoli, N. C. Parameters controlling loss of mass and stiffness degradation of ‘green’ stabilised tailings. *Proc. Inst. Civ. Eng. Geotech. Eng.* 1–9 (2021) doi:10.1680/jgeen.21.00119.
 40. Dos Santos, C. P., Bruschi, G. J., Mattos, J. R. G. & Consoli, N. C. Stabilization of Gold Mining Tailings with Alkali-Activated Carbide Lime and Sugarcane. *Transp. Geotech.* **32**, 100704 (2022).
 41. Bruschi, G. J. *et al.* Leaching assessment of cemented bauxite tailings through wetting and drying cycles of durability test. *Environ. Sci. Pollut. Res.* **29**, 59247–59262 (2022).
 42. Zheng, J., Sun, X., Guo, L., Zhang, S. & Chen, J. Strength and hydration products of cemented paste backfill from sulphide-rich tailings using reactive MgO-activated slag as a binder. *Constr. Build. Mater.* **203**, 111–119 (2019).
 43. Zheng, J., Tang, Y. & Feng, H. Utilization of low-alkalinity binders in cemented paste backfill from sulphide-rich mine tailings. *Constr. Build. Mater.* **290**, 123221 (2021).
 44. Araújo, M. T. de, Ferrazzo, S. T., Bruschi, G. J. & Consoli, N. C. Mechanical and Environmental Performance of Eggshell Lime for Expansive Soils Improvement. *Transp. Geotech.* **31**, (2021).
 45. Araújo, M. T. de, Ferrazzo, S. T., Bruschi, G. J., Silva, G. J. B. & Consoli, N. C. Strength, mineralogy, microstructure and statistical analysis of alkali-activated sugarcane bagasse ash-eggshell lime pastes. *J. Mater. Civ. Eng.* **35**, 1–11 (2023).
 46. ASTM. D854: Standard test methods for specific gravity of soil solids by water pycnometer. *ASTM Int.* 1–9 (2017) doi:10.1520/D0854.
 47. ABNT. NBR 16605: Portland cement and other powdered material - Determination of the specific gravity. *ABNT* 1–8 (2017).
 48. ASTM. D4318: Standard Test Methods for Liquid Limit, Plastic Limit, and Plasticity Index of Soils. *ASTM Int.* 1–20 (2017) doi:10.1520/D4318.
 49. ASTM. D7928: Standard Test Method for Particle-Size Distribution (Gradation) of Fine-Grained Soils Using the Sedimentation (Hydrometer) Analysis. *ASTM Int.* 1–25 (2017) doi:10.1520/D7928.
 50. ABNT. NBR 10004: Solid waste - Classification. *ABNT* 1–71 (2004).

51. ASTM. D2487: Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System). *ASTM Int.* 1–10 (2020) doi:10.1520/D2487-17.
52. Consoli, N. C., Caicedo, A. M. L., Beck Saldanha, R., Filho, H. C. S. & Acosta, C. J. M. Eggshell Produced Limes: Innovative Materials for Soil Stabilization. *J. Mater. Civ. Eng.* **32**, 06020018 (2020).
53. Abdeldjouad, L. *et al.* Effect of Clay Content on Soil Stabilization with Alkaline Activation. *Int. J. Geosynth. Gr. Eng.* **5**, 0 (2019).
54. Ghadir, P. & Ranjbar, N. Clayey soil stabilization using geopolymer and Portland cement. *Constr. Build. Mater.* **188**, 361–371 (2018).
55. Pourakbar, S., Asadi, A., Huat, B. B. K., Cristelo, N. & Fasihnikoutalab, M. H. Application of Alkali-Activated Agro-Waste Reinforced with Wollastonite Fibers in Soil Stabilization. *J. Mater. Civ. Eng.* **29**, 04016206 (2017).
56. Rios, S., Cristelo, N., Viana da Fonseca, A. & Ferreira, C. Stiffness Behavior of Soil Stabilized with Alkali-Activated Fly Ash from Small to Large Strains. *Int. J. Geomech.* **17**, 04016087 (2017).
57. Samuel, R., Puppala, A. J. & Radovic, M. Sustainability benefits assessment of metakaolin-based geopolymer treatment of high plasticity clay. *Sustain.* **12**, 1–14 (2020).
58. ASTM. D1557: Standard Test Methods for Laboratory Compaction Characteristics of Soil Using Modified Effort (56,000 ft-lbf/ft³ (2,700 kN-m/m³)). *ASTM Int.* 1–14 (2012) doi:10.1520/D1557-12.
59. ASTM. C511: Standard Specification for Mixing Rooms, Moist Cabinets, Moist Rooms, and Water Storage Tanks Used in the Testing of Hydraulic Cements and Concretes. *ASTM Int.* 20–22 (2019) doi:10.1520/C0511-19.
60. Consoli, N. C., Rosa, A. D. & Saldanha, R. B. Variables Governing Strength of Compacted Soil–Fly Ash–Lime Mixtures. *J. Mater. Civ. Eng.* **23**, 432–440 (2011).
61. ASTM. C39/C39M: Standard Test Method for Compressive Strength of Cylindrical Concrete Specimens. *ASTM Int.* 1–8 (2020) doi:10.1520/C0039.
62. ASTM. C496/C496M: Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Cylindrical Concrete Specimens. *ASTM Int.* 1–5 (2017) doi:10.1520/C0496.
63. Montgomery, D. C. *Design and analysis of experiments. Mycological Research* vol. 106 (2017).
64. SEPLAG. Apresentação Clima, temperatura e precipitação. *O clima do Rio Grande do Sul é Temperado do tipo Subtropical, classificado como Mesotérmico Úmido* 1–5 <https://atlassocioeconomico.rs.gov.br/clima-temperatura-e-precipitacao> (2022).

65. Duxson, P. *et al.* Geopolymer technology: The current state of the art. *J. Mater. Sci.* **42**, 2917–2933 (2007).
66. Provis, J. L. & Bernal, S. A. *Binder chemistry – Blended systems and intermediate Ca content. RILEM State-of-the-Art Reports* vol. 13 (2014).
67. Bhagath Singh, G. V. P. & Subramaniam, K. V. L. Production and characterization of low-energy Portland composite cement from post-industrial waste. *J. Clean. Prod.* **239**, 118024 (2019).
68. National Department of Transportation Infrastructure. DNIT 143/2010-ES: Pavement - Soil-cement base - Service specification. *Natl. Dep. Transp. Infrastruct.* 1–10 (2010).
69. Caicedo, A. M. L. Melhoria de um Solo Granular por Ativação Alcalina de Resíduos de Cerâmica Vermelha e Cal de Carbureto. **262**, (2020).
70. Garcia-Lodeiro, I., Palomo, A., Fernández-Jiménez, A. & MacPhee, D. E. Compatibility studies between N-A-S-H and C-A-S-H gels. Study in the ternary diagram Na₂O-CaO-Al₂O₃-SiO₂-H₂O. *Cem. Concr. Res.* **41**, 923–931 (2011).
71. Kaze, R. C. *et al.* The corrosion of kaolinite by iron minerals and the effects on geopolymerization. *Appl. Clay Sci.* **138**, 48–62 (2017).
72. Chukanov, N. V. *Infrared spectra of mineral species: Extended library.* (Springer Geochemistry/Mineralogy, 2014). doi:10.1007/978-94-007-7128-4_2.
73. Moukannaa, S. *et al.* Recycling of phosphate mine tailings for the production of geopolymers. *J. Clean. Prod.* **185**, 891–903 (2018).
74. Zhang, F. *et al.* Effects of slag-based cementitious material on the mechanical behavior and heavy metal immobilization of mine tailings based cemented paste backfill. *Heliyon* **8**, e10695 (2022).
75. Koshy, N., Dondrob, K., Hu, L., Wen, Q. & Meegoda, J. N. Synthesis and characterization of geopolymers derived from coal gangue, fly ash and red mud. *Constr. Build. Mater.* **206**, 287–296 (2019).
76. Garcia-Lodeiro, I., Palomo, A. & Fernández-Jiménez, A. *An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. Handbook of Alkali-Activated Cements, Mortars and Concretes* (Woodhead Publishing Limited, 2015). doi:10.1533/9781782422884.1.19.

3 ARTIGO CIENTÍFICO II

Resistência e encapsulamento de metais de rejeito de minério de ferro estabilizado com ligante álcali-ativado ao longo do tempo

Resumo: A compreensão sobre o comportamento de resistência e lixiviação de rejeitos de mineração estabilizados com cimentos alcalinos a curto, médio e longo prazo é de suma importância para a viabilidade de aplicações do material. Neste contexto, este estudo avaliou a estabilização/solidificação de rejeito da mineração de ferro (RMF) com ligante álcali-ativado (LAA) de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de casca de ovo em 7, 28, 60, 90, 180 e 365 dias de cura, bem como a lixiviação e as possíveis alterações na composição química e mineralógica decorrentes da exposição ao ambiente ácido. Foram realizados ensaios de resistência à compressão simples (RCS), lixiviação, Difratomia de raios-X e Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier da mistura RMF-LAA. O maior incremento de RCS ocorreu entre 7 e 60 dias, atingindo 6,47 MP, com pequena variação após este período. RMF-LAA não apresentou toxicidade por metais ao longo do tempo. Presentes no RMF e na cinza, Ba, Mn, Pb e Zn foram encapsulados na matriz cimentada, sendo que a partir de 90 dias de tempo de cura é observado um encapsulamento total de todos os metais. A mineralogia do rejeito estabilizado/solidificado não apresentou alterações decorrentes do teste de lixiviação. Faixas de bandas características de presença de gel N-A-S-H foram identificadas nas amostras pré e pós lixiviação para todos os tempos de cura analisados. A exposição ao ambiente ácido altera as bandas relacionadas as ligações de carbonatos formados na mistura RMF-LAA.

Palavras-chave: Rejeitos de mineração; Resíduos agroindustriais; Ativação alcalina; Estabilização/Solidificação; Comportamento a longo prazo.

1 Introdução

O minério de ferro se destaca como um dos principais *commodities* do setor de mineração mundial. Anualmente, estimasse uma produção de cerca de 2,4 bilhões de toneladas de minério de ferro no mundo (DE JESUS; JOAQUIM, 2020). Em 2022, o Brasil produziu aproximadamente 570 milhões de toneladas de minério de ferro, gerando 800 mil empregos diretos e 2 milhões indiretos, cerca de 3% do PIB do Brasil (COSTA *et al.*, 2023). Entretanto, a logística empregada na produção do setor de mineração de ferro compreende atividades que geram gases do efeito estufa (KUMAR KATTA; DAVIS; KUMAR, 2020) e grande volume de

rejeitos: cerca de 1,4 bilhões de toneladas por ano no mundo, sendo mais de 500 milhões de toneladas no Brasil (CARMIGNANO *et al.*, 2021).

Devido à falta de processos de reaproveitamento economicamente viáveis, o principal método utilizado para o descarte dos rejeitos de mineração são as barragens ou reservatórios (CARMIGNANO *et al.*, 2021). Contudo, estes métodos de descarte podem causar graves problemas ambientais, como contaminação e poluição das águas superficiais, subterrâneas e do solo (DAVILA *et al.*, 2020). Além disso, problemas de segurança podem resultar em rompimentos de barragens de rejeitos de mineração, causando centenas de mortes, efeitos socioeconômicos e ambientais, como observado em Mariana (2015) e Brumadinho (2019), no estado de Minas Gerais, Brasil (FREITAS; DA SILVA, 2019).

Diante desta problemática, pesquisas vêm sendo desenvolvidas com foco no tratamento dos rejeitos de mineração, principalmente com uso de cimento Portland (ALMADA *et al.*, 2023; CONSOLI *et al.*, 2022; HUANG *et al.*, 2023; WANG *et al.*, 2022; YAO *et al.*, 2020). A utilização de cimento Portland como ligante na estabilização/solidificação de rejeitos de mineração resulta em materiais com boas propriedades mecânicas e com potencial de aplicação in loco, minimizando os riscos associados a lixiviação de metais (KEFENI; MSAGATI; MAMBA, 2017; MARUTHUPANDIAN; CHALIASOU; KANELLOPOULOS, 2021; PAN *et al.*, 2022). Entretanto, o cimento Portland apresenta baixa resistência a ácidos (JACQUES *et al.*, 2010) e elevada emissão de CO₂. A produção de 1 t de cimento Portland emite até 0,95 t de CO₂ (MILLER; MYERS, 2020), sendo responsável por 8% das emissões globais de gases de efeito estufa (ANDREW, 2018). Neste cenário, os ligantes álcali-ativados ou cimentos alcalinos apresentam-se como alternativas promissoras em substituição à este cimento convencional, reduzindo o consumo de recursos naturais e com menores impactos (GARCIA-LODEIRO; PALOMO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2015).

Ligantes álcali-ativados resultam de uma combinação de um aluminossilicato sólido e amorfo (denominado precursor) com uma solução alcalina (induzida por um ativador alcalino) (PROVIS, 2018), para formação de géis C-A-S-H (aluminossilicato de cálcio hidratado) ou N-A-S-H (aluminossilicato de sódio hidratado) (GARCIA-LODEIRO; PALOMO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, 2015). Os subprodutos mais utilizados como precursores são escória de alto forno (MARVILA *et al.*, 2023), escória de aço (GHORBANI *et al.*, 2023), cinzas volantes (XIA *et al.*, 2023) e cinza de casca de arroz (SERVI *et al.*, 2022). Hidróxido de sódio e silicato de sódio são os ativadores alcalinos comerciais mais utilizados (CRISTELO *et al.*, 2021; JAMIESON *et al.*, 2015; NOVO *et al.*, 2022). Fontes de cálcio também podem ser utilizadas nos sistemas álcali-ativados, como cal de carbureto (BRUSCHI *et al.*, 2021; SERVI

et al., 2022), pó de cascas de ostras (ZHANG *et al.*, 2022) e cal de casca de ovo (FERRAZZO *et al.*, 2023; LEVANDOSKI *et al.*, 2023), reduzindo a concentração de ativador alcalino necessária e possibilitando trabalhar em temperatura ambiente.

Neste contexto, destacam-se dois resíduos agroindustriais fontes de aluminossilicatos e de cálcio, que não possuem valor agregado e são geralmente descartados em aterros: cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cascas de ovos (FERRAZZO *et al.*, 2023). A cinza de bagaço de cana-de-açúcar é um resíduo agroindustrial proveniente da queima do bagaço da cana-de-açúcar em caldeiras da indústria de biocombustíveis e açucareira (ALONSO PIPPO; GARZONE; CORNACCHIA, 2007). Esta cinza é um material pozolânico com rica fonte de sílica (<70% SiO₃) e reatividade química satisfatória para uso em materiais álcali-ativados (BERENGUER *et al.*, 2020; BRUSCHI *et al.*, 2021; FERRAZZO *et al.*, 2023; LEVANDOSKI *et al.*, 2023; ARAÚJO *et al.*, 2023). A casca de ovo, após ser submetida ao processo de calcinação, corresponde a uma rica fonte de óxido de cálcio: 72 a 77% CaO (ARAÚJO *et al.*, 2023; CONSOLI *et al.*, 2020; FERRAZ *et al.*, 2018).

Nesse sentido, a literatura apresenta estudos para estabilização/solidificação de rejeito de mineração de ferro (RMF) com ligantes álcali-ativados oriundos de diversos resíduos, como: cinza de casca de arroz e cal de carbureto (SERVI *et al.*, 2022); combinações de metacaulim, silicato de sódio e hidróxido de sódio comerciais (FARENZENA, 2023; FRACARO, 2022; JASKULSKI, 2022) ou provenientes de rejeitos de mineração (SALDANHA *et al.*, 2023) e cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de casca de ovo hidratada (LEVANDOSKI *et al.*, 2023). As pesquisas supracitadas estão focadas em avaliações de comportamento mecânico, mineralógico e microestrutural das misturas de RMF com cimentos alcalinos.

Nos últimos anos, o comportamento de lixiviação de materiais álcali-ativados vem ganhando notoriedade, principalmente em rejeitos de mineração, pois trata-se de um importante campo de pesquisa ainda pouco explorado. Kiventerä *et al.* (2018) avaliou a lixiviação em rejeito de mineração de ouro estabilizado com geopolímero a base de escória de alto forno e metacaulim, constatando a imobilização de cromo, cobre, níquel, zinco e manganês em menores períodos de cura (28 dias) e arsênio, antimônio, boro e vanádio com tempos de cura mais prolongados (18 meses). Bruschi *et al.* (2022) investigaram a lixiviação de rejeito de bauxita estabilizado com ligante álcali-ativado de cinza de bagaço de cana-de-açúcar e cal de carbureto, verificando boa capacidade de encapsulamento de alumínio, cromo e selênio. Em rejeito de mineração de ouro estabilizado com geopolímero a base de cinza volante, escória de alto forno e metacaulim. Pan *et al.* (2022) verificaram uma imobilização eficiente de arsênio, chumbo e

romo após 7 dias de cura associada a formação de gel C-A-S-H e de uma matriz cimentante mais densa.

De fato, há alguns estudos na literatura acerca da lixiviação de rejeitos de mineração estabilizados com cimentos alcalinos. Contudo, ainda é necessário avançar na compreensão do comportamento de lixiviação destes materiais para curtos e longos períodos de cura e de possíveis alterações microestruturais (BRAGAGNOLO; PRIETTO; KORF, 2022). Além disso, a lixiviação de RMF com cimentos alcalinos permanece inexplorada. O desempenho ambiental é um ponto importante para a viabilidade de aplicação dos rejeitos de mineração de ferro devido aos potenciais riscos de contaminação de solos e águas subterrâneas e à saúde humana (DA SILVA *et al.*, 2023; SIQUEIRA *et al.*, 2022). Nesse sentido, este estudo avalia o comportamento de resistência e lixiviação ao longo do tempo de RMF estabilizado/solidificado com um ligante álcali-ativado a base de resíduos e as possíveis alterações na composição química e mineralógica decorrentes da exposição ao ambiente ácido. As avaliações foram realizadas em RMF-LAA com tempos de cura de 7 a 365 dias. Este estudo fornece informações valiosas sobre o comportamento mecânico e os impactos na toxicidade e na qualidade da água do RMF estabilizado/solidificado por álcali-ativação ao longo do tempo, permitindo a reciclagem de resíduos e apoiando sua aplicação em projetos de engenharia.

2 Materiais e Métodos

2.1 Materiais

Os materiais utilizados foram: rejeito de mineração de ferro (RMF); cinza de bagaço de cana-de-açúcar (CBCA); cal de casca de ovo hidratada (CCOH) e hidróxido de sódio (NaOH). O RMF fornecido por uma indústria da mineração de ferro, localizada no estado de Minas Gerais (MG), Brasil. A CBCA fornecida por uma indústria de processamento de subprodutos de cana-de-açúcar, localizada no noroeste do estado do Rio Grande do Sul (RS), Brasil. O RMF foi submetido à secagem (50°C por 48h) e CBCA a secagem (50°C por 48h) e peneiramento (peneira de malha 200, abertura 75µm). A CCOH foi produzida a partir de cascas de ovos coletadas em uma padaria no município de Erechim (RS), Brasil, conforme procedimentos descritos por Araújo *et al.* (2021). NaOH (98% de pureza) foi o ativador alcalino utilizado. Desenvolvido e caracterizado anteriormente por Araújo *et al.* (2023), o ligante álcali-ativado (LAA) é composto por uma relação CBCA/CCOH de 80/20, com concentração molar de solução ativadora (NaOH) de 2M e concentração de álcalis (Na₂O) de 2,61%.

2.2 Métodos

2.2.1 Caracterização

As caracterizações físicas, químicas e mineralógicas (Tabelas 5–6 e Figura 18) do RMF, CBCA e CCOH foram realizadas por estudos anteriores (ARAÚJO *et al.*, 2023; BRUSCHI *et al.*, 2021; CONSOLI *et al.*, 2020; FERRAZZO *et al.*, 2023; LEVANDOSKI *et al.*, 2023). A classificação ambiental da CBCA foi realizada por Ferrazzo *et al.* (2023), conforme apresentado na Tabela 7. Neste estudo foi realizada a classificação ambiental do RMF conforme orientações da NBR 10004 (ABNT, 2004a), por meio de ensaios de obtenção de extrato lixiviado [NBR 10005 (ABNT, 2004b)] e extrato solubilizado [NBR 10006 (ABNT, 2004c)].

Tab 5. Propriedades físicas dos materiais.

Propriedades	Materiais		
	RMF	CBCA	CCOH
Limite de liquidez - LL (%)	-	-	-
Limite de plasticidade - LP (%)	-	-	-
Índice de plasticidade - IP	Não plástico	Não plástico	Não plástico
Massa específica real dos grãos ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	3,13	2,08	2,24
Areia grossa (%) ($0.6 < \text{diâmetro} < 2.0 \text{ mm}$)	0	0	0
Areia média (%) ($0.2 < \text{diâmetro} < 0.6 \text{ mm}$)	0	0	0
Areia fina (%) ($0.06 < \text{diâmetro} < 0.2 \text{ mm}$)	48,95	8,88	0
Silte (%) ($0.002 < \text{diâmetro} < 0.06 \text{ mm}$)	30,72	90,13	93,01
Argila (%) ($\text{diâmetro} < 0.002 \text{ mm}$)	20,33	0,99	6,99
Área superficial específica ($\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)	-	125,15	4,18
Índice de atividade pozolânica ($\text{mg Ca(OH)}_2/\text{g pozolana}$)	-	817,6	-
Referência	Levandoski <i>et al.</i> (2023)	Araújo <i>et al.</i> (2023)	Consoli <i>et al.</i> (2020)

O RMF é constituído por partículas com tamanho correspondente a areia fina e argila, composição química composta principalmente por óxidos de ferro (49,3%), silício (35,1%) e alumínio (8,48%) e minerais caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), goethita ($\text{Fe}^{3+}\text{O}(\text{OH})$), quartzo (SiO_2) e hematita (Fe_2O_3) (LEVANDOSKI *et al.*, 2023). O CBCA apresenta partículas correspondentes majoritariamente a silte, composição química caracterizada por óxidos de silício (60,65%), ferro (13,83%) e alumínio (5,76%) e fases cristalinas e amorfas, com presença de quartzo e hematita (BRUSCHI *et al.*, 2021). Além disso, a CBCA apresenta elevada área superficial específica ($125,15 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$) e um índice de atividade pozolânica de 817,6 $\text{mg Ca(OH)}_2/\text{g}$ (ARAÚJO *et al.*, 2023). O CCOH constitui-se principalmente por tamanhos de partículas característicos de silte, área superficial específica de $4,18 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ (ARAÚJO *et al.*, 2023), composição química caracterizada pela presença de 72,9% de CaO e minerais portlandita (Ca(OH)_2) e calcita (CaCO_3) (CONSOLI *et al.*, 2020).

Tab 6. Composição química dos materiais (%).

Óxidos	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	Perda ao fogo	Referência
RMF	35,1	8,48	49,3	1,29	0,20	0,07	-	0,06	0,32	0,31	4,61	Levandoski et al. (2023)
CBCA	60,65	5,76	13,87	0,45	1,97	1,40	0,22	2,90	4,14	1,26	7,38	Bruschi et al. (2021)
CCOH	0,12	0,13	0,15	-	1,17	72,9	-	-	-	-	25,14	Consoli et al. (2020)

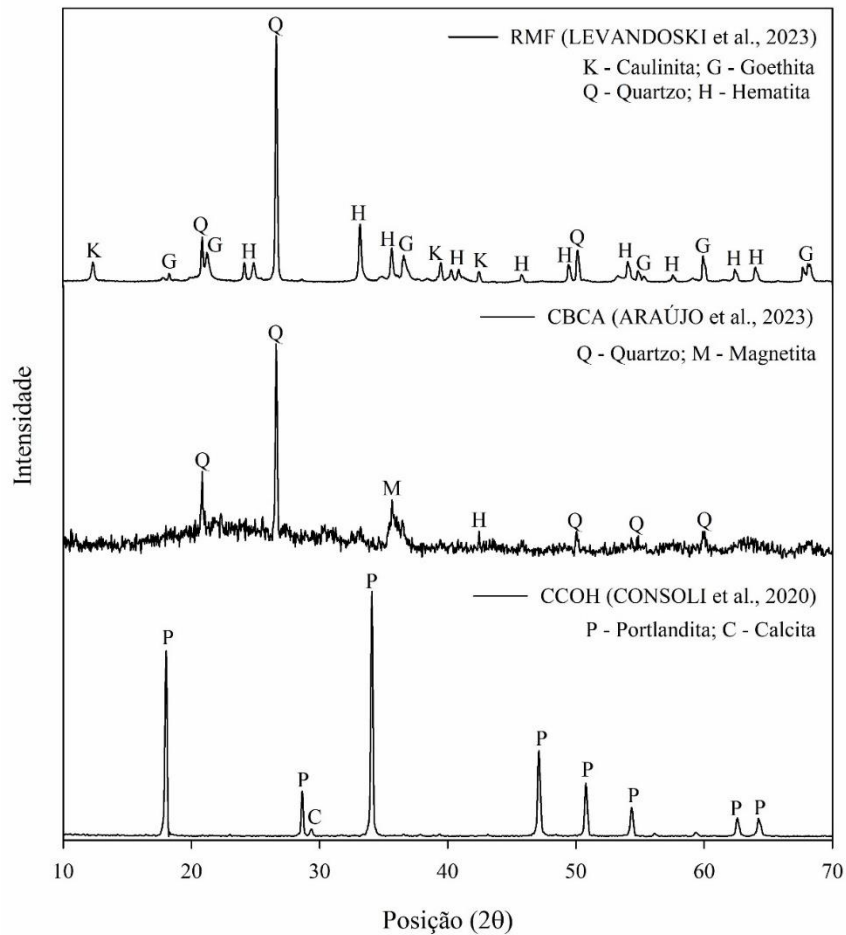


Fig 18. Difratograma do RMF, CBCA e CCOH.

Conforme Tabela 7, o RMF não apresentou lixiviação de metais e a CBCA apresentou lixiviação de bário (Ba) e chumbo (Pb) em concentrações inferiores ao limite estabelecido pelo anexo F da NBR 10004 (ABNT, 2004a). O extrato solubilizado de RMF apresentou alumínio (Al), ferro (Fe) e sódio (Na) em concentrações inferiores ao limite máximo do anexo G da NBR 10004 (ABNT, 2004a), classificando-se assim, como um Resíduo não perigoso – inerte - classe IIB. Já a CBCA apresentou manganês (Mn) e chumbo (Pb) em concentrações acima do limite do anexo G da NBR 10004 (ABNT, 2004a), conforme destacado na Tabela 7, classificando-o como um Resíduo não perigoso – não inerte - classe IIA (FERRAZZO *et al.*, 2023).

Tab 7. Composição química dos extratos lixiviados e solubilizados de RMF e CBCA.

Elemento	Extrato lixiviado			Elemento	Extrato solubilizado		
	Concentração (mg.L ⁻¹)		Limite (mg.L ⁻¹) Anexo F		Concentração (mg.L ⁻¹)		Limite (mg.L ⁻¹) Anexo G
	RMF	CBCA			RMF	CBCA	
Ag	*	*	5	Ag	*	*	0,05
As	*	*	1	Al	0,05	*	0,2
Ba	*	0.08	70	As	*	*	0,01
Cd	*	*	0,5	Ba	*	*	0,7
Cr	*	*	5	Cd	*	*	0,005
Hg	*	*	0,1	Cr	*	*	0,05
Pb	*	0.06	1	Cu	*	*	2
Se	*	*	1	Fe	0,28	*	0,3
				Hg	*	*	0,001
				Mn	*	0.68	0,1
				Na	2,62	1.79	200
				Pb	*	0.04	0,01
				Se	*	*	0,01
				Zn	*	*	5
				Cl	*	*	250
Referência	Presente estudo	Ferrazzo et al. (2023)			Presente estudo	Ferrazzo et al. (2023)	

* Não detectado.

2.2.1 Moldagem e cura dos corpos-de-prova

Para os ensaios de resistência e de lixiviação, a mistura RFM-LAA foi compactada estaticamente em três camadas em um corpo de prova cilíndrico de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. Após a moldagem, os corpos de prova foram retirados dos moldes cilíndricos e tiveram seus pesos, diâmetros e alturas medidos com precisão de 0,01g e 0,1 mm, respectivamente. Posteriormente, foram acondicionados em sacos herméticos e mantidos em temperatura controlada ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) e umidade relativa ($95\% \pm 2\%$) [C511 (ASTM, 2019)], durante o período de cura pré-definido. Restando 24h para o término da cura, os corpos de provas foram imersos em água para reduzir os efeitos de sucção, conforme proposto por Consoli, Dalla Rosa e Saldanha (2011).

2.2.2 Programa experimental

Com base no melhor comportamento mecânico obtido em estudo anterior de mistura RMF/LAA estabilizado/solidificado (LEVANDOSKI *et al.*, 2023), as variáveis para o planejamento experimental foram definidas (Tabela 8). O teor de ligante, peso específico aparente seco, teor de umidade e temperatura de cura foram fixados para os testes de resistência à compressão simples e lixiviação, sendo o tempo de cura a variável controlada. As combinações foram realizadas em triplicata, resultando em 18 experimentos.

Tab 8. Planejamento experimental para testes de resistência e lixiviação

Fatores fixos e controlados				
Teor de ligante (%)	Peso específico aparente seco (kN.m ⁻³)	Teor de umidade inicial (%)	Temperatura de cura (°C)	Tempo de cura (dias)
25	15,3	22,8	23	7, 28, 60, 90, 180 e 365

2.2.3 Ensaio de resistência à compressão simples

Restando 24h para o término da cura, os corpos de provas foram imersos em água para reduzir os efeitos de sucção, conforme proposto por Consoli, Dalla Rosa e Saldanha (2011). O ensaio de resistência à compressão simples (RCS) seguiu a metodologia da NBR 12025 (ABNT, 2012) e foi realizado em uma prensa automática de capacidade de 100 t (marca Engetotus) e taxa de deslocamento de 1,14 mm por minuto.

2.2.4 Ensaio de lixiviação

Posterior ao teste de RCS, os corpos de prova foram submetidos ao teste de lixiviação seguindo os procedimentos descritos pelo método NBR 10005 (ABNT, 2004b), sendo este muito semelhante ao Método 1311 - *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) (USEPA, 1992), geralmente utilizado para avaliação da lixiviação de materiais álcali-ativados (ADEDIRAN; YLINIEMI; ILLIKAINEN, 2021; XU *et al.*, 2019). De cada corpo de prova, foi extraído 100g de amostra seca e reduzida a tamanhos de partículas passantes na peneira 9,5 mm, para posterior adição de solução de ácido acético (pH ~2,88), em uma proporção sólido/líquido de 1:20. A mistura amostra-solução foi agitada em agitador rotativo a 30 rpm por 18 ± 2 h a 23 ± 2 °C.

2.2.5 Análise do extrato lixiviado

Após o ensaio de lixiviação, os extratos lixiviados foram filtrados através de um processo de filtração a vácuo com membrana de 0,45 µm e posteriormente mantidos em temperatura controlada (<4 °C). A análise de metais (Ag, Al, As, Ba, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Pb, Se e Zn) foi realizada por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) em um espectrômetro da marca Shimadzu (modelo ICPE-9800), utilizando curvas padrão elaboradas a partir de uma mono solução elementar (elementos em ácido nítrico diluído-HNO₃). As concentrações de metais foram comparadas com limites de normas brasileiras e internacionais: NBR 10004 (ABNT, 2004a), EPA (USEPA, 2004), CONAMA 460 (CONAMA, 2013), lista holandesa (VROM, 2000) e EPA (USEPA, 2022). O

pH dos extratos lixiviados foi determinado pelo medidor de pH Hanna (modelo HI 2221, corpo de vidro Eletrodo Ag/AgCl).

2.2.6 Avaliações Químicas e Mineralógicas

A composição química e mineralogia da mistura RMF-AAB foram avaliadas através de técnicas de FTIR (Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier) e DRX (Difratometria de raios X) em dois momentos: pré ensaio de lixiviação (imediatamente após tempo de cura) e pós ensaio de lixiviação (item 2.2.3). Para realização das análises de DRX e FTIR, realizou-se a extração de amostras dos corpos de prova e subsequente processo de paralisação das reações químicas, conforme metodologia proposta por Caicedo (2020). Assim, as amostras coletadas foram imersas em acetona (48h) e secas em estufa (40°C, 24h) e posteriormente acondicionadas em saco hermético até o momento da análise. As análises de DRX foram realizadas em difratômetro de raios X [marca Siemens - BRUKER AXS, modelo D-5000 (θ -2 θ)] equipado com tubo anódico fixo de Cu ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 25 mA. As amostras de pó foram analisadas na faixa angular de 2 a 72° 2 θ em passo de 0,05°/1s. Os espectros de FTIR analisaram ligações químicas e foram conduzidos em um espectrômetro FTIR Perkin Elmer (modelo Spectrum 1000) na faixa de 4.000 a 40.000 cm^{-1} e com resolução de 4 cm^{-1} .

3 Resultados e discussões

3.1 Resistência à compressão simples

Na Figura 19 são apresentados os resultados médios de RCS para RMF-LAA ao longo do tempo (7 a 365 dias) plotados juntamente com os intervalos de erro padrão da média que demonstram uma pequena variabilidade dos dados. Nota-se que o principal incremento de resistência de RMF-AAB ocorreu entre 7 e 60 dias, atingindo 6,47 MPa. Após este período de tempo, observou-se uma variação muito pequena no comportamento da resistência. Resultado similar foi observado no estudo de Fang et al. (2020) com um material álcali-ativado a base de cimento Portland, escória de alto forno e solução de NaOH (menor que 2M). Como no presente estudo, expressivos ganhos de resistências são observados após 28 dias de cura, utilizando baixas concentrações de ativador alcalino. Neste sistema, ocorre a prolongação das reações de policondensação de aluminossilicatos e formação de géis cimentantes, apresentando menor oscilação no ganho de resistência em períodos de cura mais prolongados (FANG *et al.*, 2020).

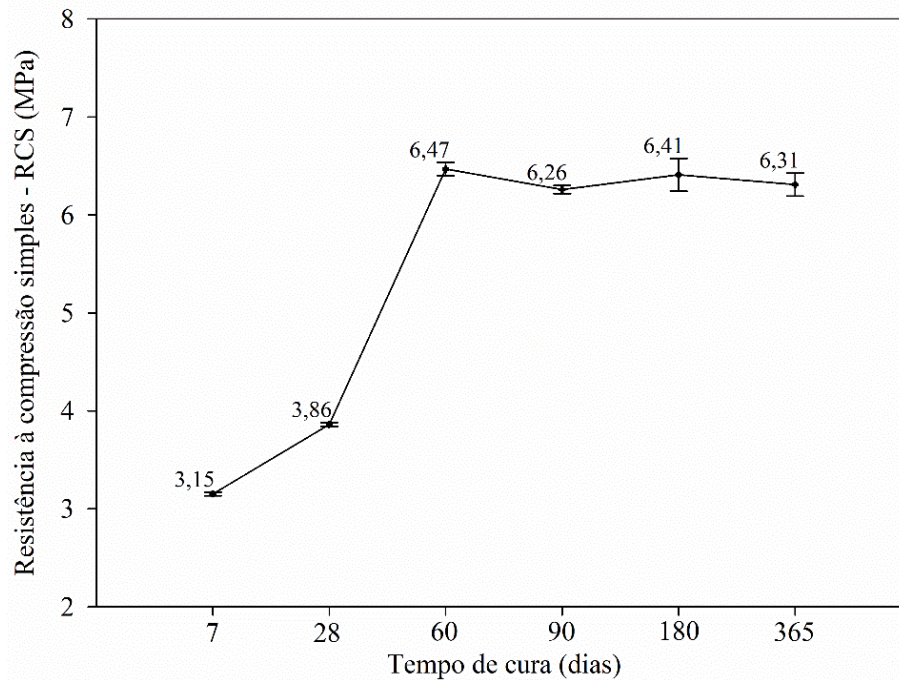


Fig 19. Resultados médios de RCS para RMF-LAA com 7 e 365 dias.

Em sistemas álcali-ativados que utilizam concentrações elevadas de ativadores alcalinos (maior que 4M), ocorre o maior ganho de resistência em menores tempo de cura (7 dias), não havendo aumento expressivos de resistência em tempos de cura superiores (28 e 60 dias) (BERNAL et al., 2014; DURAN ATIŞ et al., 2009; HOSSEINI et al., 2021; KANG et al., 2021; TIAN et al., 2020). Entretanto, esses sistemas utilizam altas quantidades de ativadores alcalinos (e.g. metais alcalinos) em seus sistemas, representando processos de baixa eficiência energética e ambiental (SALDANHA *et al.*, 2023). Em materiais álcali-ativados, o principal responsável por potenciais impactos ambientais são os ativadores alcalinos, além de serem os componentes mais caros (MENDES *et al.*, 2021; ZAHMAK *et al.*, 2021). Nesse sentido, os materiais que utilizam menores teores de ativador (presente estudo) se tornam mais atraentes do ponto de vista ambiental e econômico (FERRAZZO; ARAÚJO; CONSOLI, 2024; SALDANHA et al., 2023; ZAHMAK et al., 2021).

Por fim, compreender o comportamento mecânico das misturas RMF-LAA de curto a longo prazo é de suma importância visando potenciais aplicações deste material cimentado em projetos de engenharia como: proteção de taludes, base e sub-base de pavimentação, revestimentos de aterros e barragens e assentamento de tubulações (BRUSCHI *et al.*, 2021; DOS SANTOS *et al.*, 2022; SÁ *et al.*, 2022). Além da resistência, é preciso conhecer o comportamento de lixiviação e o desenvolvimento da microestrutura ao longo do tempo e sob condições adversas (ambiente ácido).

3.2 Comportamento de lixiviação

A Tabela 9 apresenta as concentrações de metais nos extratos lixiviados de misturas RMF-LAA ao longo do tempo (7 a 365 dias). Estas concentrações foram comparadas com aquelas presentes nos resíduos RMF e CBCA e com os limites máximos estabelecidos pelas normativas NBR 10004 (ABNT, 2004a), EPA (USEPA, 2004), CONAMA 460 (CONAMA, 2013), Lista Holandesa (VROM, 2000) e EPA (USEPA, 2022). RMF-LAA em todos os tempos de cura apresentou lixiviação de metais em concentrações inferiores aos limites de NBR 10004 (ABNT, 2004a), EPA (USEPA, 2004), demonstrando que o material permanece não-tóxico ao longo do tempo. Em geral, a partir dos valores destacados na Tabela 9, observa-se que a amostra RMF-LAA com 7 dias de tempo de cura apresenta o encapsulamento de chumbo (Pb). Com 28 dias de tempo de cura observou-se o encapsulamento de alumínio (Al) e zinco (Zn), já com 60 dias de tempo de cura ocorre o encapsulamento de manganês (Mn) e por fim, com 90 dias de tempo de cura é observado o encapsulamento de bário (Ba).

Tab 9. Composição química dos extratos lixiviados das misturas RMF-LAA pelo ensaio de lixiviação (mg.L⁻¹) NBR. 10.005.

Metais	Tempo de cura (dias)						Resíduos		Normas				
	7	28	60	90	180	365	RMF	CBCA	NBR 10004 Anexo F*	EPA*	CONAMA 460 ¹	Lista Holandesa ²	EPA ³
Ag	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	5	5	0,05	-	-
Al	0,89	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	-	-	3,5	-	-
As	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	1	5	0,01	0,01	0,01
Ba	0,50	0,15	2,67	0,00	0,00	0,00	0,000	0,08	70	100	0,7	0,05	2
Cd	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	0,5	1	0,005	0,0004	0,005
Cr total	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	5	5	0,05	0,001	0,1
Cu	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	-	-	2	0,015	1,3
Fe	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,684	0,000	-	-	2,45	-	-
Hg	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	0,1	0,2	0,001	0,00005	0,002
Mn	7,64	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	2,405	4,93	-	-	0,4	-	-
Pb	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,001	0,06	1	5	0,01	0,015	0,015
Se	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	1	1	0,01	-	0,05
Zn	0,20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,011	0,10	-	-	1,05	0,065	-
pH	4,85	9,50	9,04	9,21	8,27	7,81	5,07	5,00					

* Concentração máxima de metais para características de toxicidade; ¹Valores orientadores para águas subterrâneas; ²Valores-alvo para as águas subterrâneas; ³Regulamentos Nacionais de Água Potável Primária.

Apenas a amostra da mistura RMF-LAA de 7 dias de cura apresentou lixiviação de alumínio (Al), porém em baixa concentração, não ultrapassando o limite estabelecido pela CONAMA 460 (CONAMA, 2013). As faixas de dissolução do Al abrangem o meio ácido (pH<4) e meio básico (pH>12) (MITCHELL; SOGA, 2005), o que justifica uma baixa concentração lixiviada observada para a amostra de 7 dias de tempo de cura (pH 4,85).

Metal presente no extrato lixiviado da CBCA, o bário (Ba) sofreu lixiviação em algumas misturas RMF-LAA em concentrações superiores as normas de qualidade da água: Lista Holandesa (VROM, 2000) (7, 28 e 60 dias), CONAMA 460 (CONAMA, 2013) (60 dias) e EPA (USEPA, 2022) (60 dias), mas não superiores aos limites relativos à toxicidade: Anexo – F NBR 10004 (ABNT, 2004a) e EPA (USEPA, 2004). O Ba possui comportamento de lixiviação anfótero, i.e., capacidade de reagir em meios ácidos ou básicos (KOMONWEERAKET *et al.*, 2015a; MAHEDI; CETIN; DAYIOGLU, 2019), o que justifica a sua lixiviação na CBCA. Entretanto, as concentrações de Ba nas misturas de 7, 28 e 60 dias de tempo de cura são superiores ao observado na CBCA. A CBCA é composta majoritariamente por quartzo (Figura 18) e SiO₂ (Tabela 6), ou seja, tetraedros de sílica agrupados em forma espiral. Em sistemas álcali-ativados, algumas posições de sílica são preenchidas por alumínio e o excesso da carga negativa gerada pela reação é equilibrada por cátions de alta coordenação como cálcio, sódio e bário (MITCHELL; SOGA, 2005). Nesse sentido, devido à alta disponibilidade de cálcio (CCOH) e sódio (ativador) a mistura RMF-LAA conduz a um maior agrupamento desses elementos em comparação ao Ba. Assim há uma maior liberação de Ba em decorrência do ensaio de lixiviação e variação do pH (ácido/básico), conforme observado nos extratos lixiviados de 7, 28 e 60 dias de cura. Após os 60 dias possivelmente ocorreu o encapsulamento de Ba devido a formação dos géis cimentantes.

Manganês (Mn), metal presente na CBCA e RMF em concentrações superiores ao limite estabelecido pela CONAMA 460 (CONAMA, 2013) (única norma que estabelece limite para Mn), apresentou lixiviação apenas na mistura RMF-LAA com 7 dias em concentrações superiores ao limite estabelecido pela CONAMA 460 (CONAMA, 2013), bem como superiores as observadas nos extratos lixiviados de CBCA e RMF. Os cátions de Mn²⁺ em condições ácidas permanecem livres, ocorrendo a presença de maiores concentrações nos extratos líquidos (MAHEDI; CETIN; DAYIOGLU, 2019), conforme observado nos extratos lixiviados com pH ácido (7 dias de tempo de cura, CBCA e RMF). A lixiviação do Mn reduz à medida que aumenta o pH, devido ao seu comportamento de lixiviação catiônico (KOMONWEERAKET *et al.*, 2015b), justificando a ausência deste metal nos extratos lixiviados das misturas de 28, 60, 90, 180 e 365 dias de cura (Tabela 9). Resultado semelhante foi observado por Kiventera *et al.* 2018: imobilização de Mn (98%) após 28 dias de tempo de cura em rejeitos de mineração de ouro estabilizado com ligante álcali ativado a base de metacaulim e escória de alto forno.

O chumbo (Pb), metal presente no extrato lixiviado da CBCA, apresentou concentrações superiores as normas de qualidade da água: Lista Holandesa (VROM, 2000), CONAMA 460 (CONAMA, 2013) e EPA (USEPA, 2022) e foi totalmente encapsulado em todas as amostras

das misturas RMF-LAA. Sistemas álcali-ativados possuem alto potencial de imobilização de metais pesados (e.g. Pb), os quais são predispostos a interação com as ligações da estrutura dos géis cimentantes para equilíbrio de carga (PALACIOS; PALOMO, 2004; VU; GOWRIPALAN, 2018). Resultados similares foram observados por Ferrazzo et al. (2023), utilizando um ligante álcali-ativado baseado em resíduos para estabilização de resíduo de areia de fundição, relatando o encapsulamento total de Pb em misturas após 7 e 28 dias de cura a 23°C.

Zinco (Zn), metal presente nos extratos lixiviados de RMF e CBCA, apresentou concentração superior ao limite máximo estabelecido pela Lista Holandesa (VROM, 2000), (normativa mais restritiva) na mistura RMF-LAA de 7 dias de tempo de cura. Em misturas de RMF-LAA para tempos de cura superiores a 7 dias ocorre o encapsulamento do Zn na matriz cimentada das misturas. Em meios ácidos e básicos, o Zn manifesta comportamento de lixiviação anfótero, aumentando a sua concentração (KOMONWEERAKET *et al.*, 2015b). Acredita-se que inicialmente ocorre uma maior disponibilidade de íons de Ca livres, em virtude da prolongada taxa de reação determinada pela baixa concentração do ativador, deste modo, ocorre uma sobreposição dos prótons livres (H⁺) da solução ácida, diminuindo drasticamente o pH da mistura de 7 dias e ocasionando a lixiviação do Zn (FERRAZZO *et al.*, 2023). Misturas álcali-ativadas são promissoras para o encapsulamento físico de metais como o Zn (FENG *et al.*, 2020; FERRAZZO *et al.*, 2023; WANG *et al.*, 2020).

3.3 Mineralogia

Na Figura 20 são apresentados os difratogramas da mistura RMF-LAA longo do tempo (7 a 365 dias), pré e pós teste de lixiviação. No geral, não é possível observar alterações expressivas na mineralogia entre as misturas RMF-LAA de 7 a 365 dias de tempo de cura pré lixiviação e entre as amostras de 7 a 365 dias pós lixiviação. Todas as amostras apresentam uma mineralogia composta por fases semicristalinas e cristalinas, que compartilham a presença de caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) e goethita ($\text{Fe}_{3+}\text{O}(\text{OH})$) (presentes no RMF), quartzo (SiO_2) e hematita (Fe_2O_3) (oriundos do RMF e CBCA).

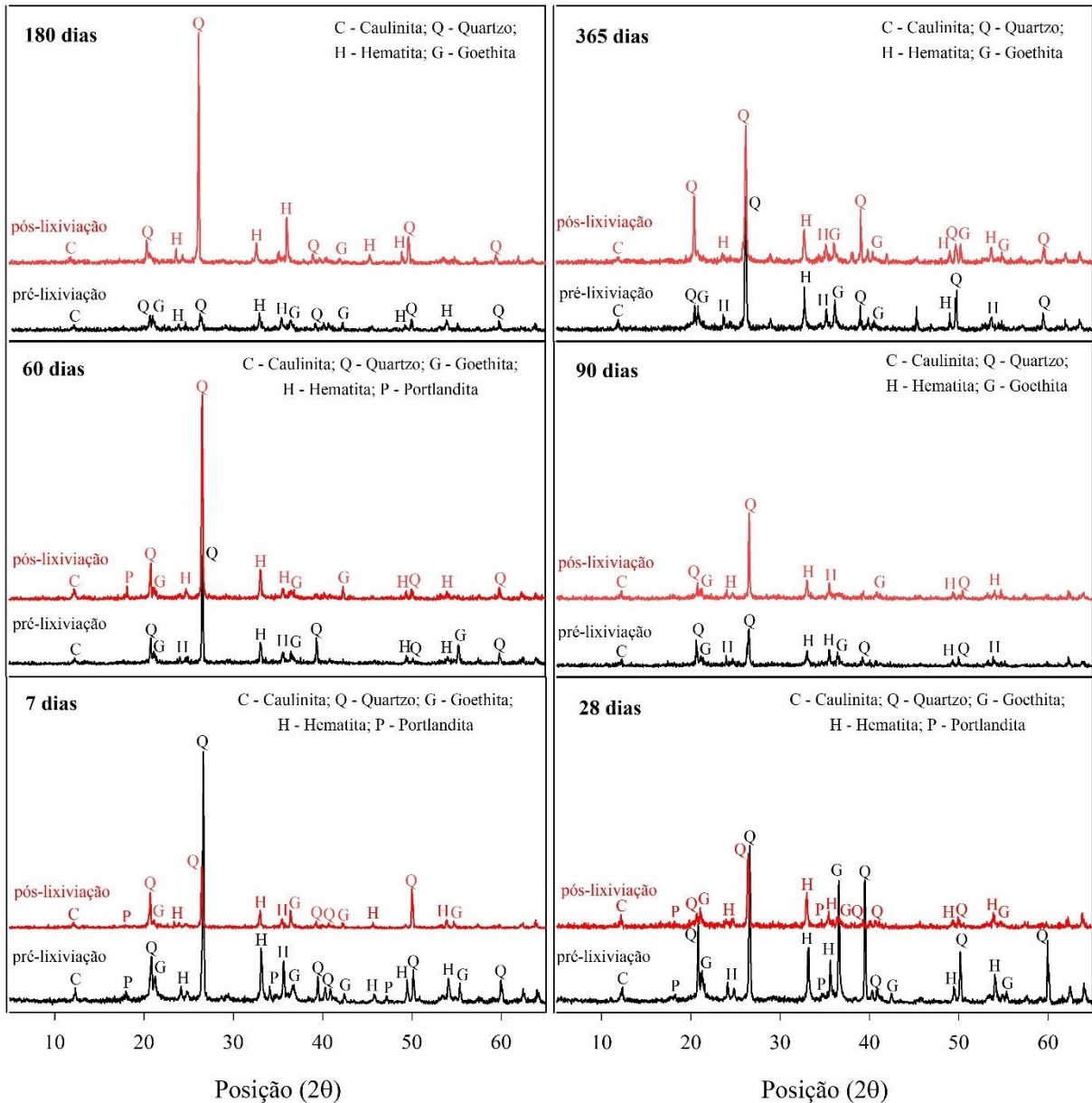


Fig 20. Difratomogramas de amostras de RMF-LAA pré e pós lixiviação entre 7 e 365 dias.

Nas amostras de 7 e 28 dias pré-lixiviação e 7, 28 e 60 dias pós-lixiviação é possível observar a presença de portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) oriunda da CCOH. A ausência do mineral na mistura RMF-LAA 60 dias pré-lixiviação possivelmente ocorreu em função de uma distribuição heterogênea da cal na mistura e da pequena amostra necessária extraída para análise de DRX. A presença de portlandita nas misturas RMF-AAB curadas até 60 dias a 23°C indica que o consumo deste mineral se estendeu ao longo do tempo, não sendo tão rápido quanto em sistemas com cimento alcalino sob temperaturas mais altas ou contendo cimento Portland de alta resistência inicial. Esta constatação corrobora o expressivo ganho de RCS entre 7 e 60 dias

(Figura 19), demonstrando a disponibilidade de óxidos de cálcio necessário para manutenção das reações com os aluminossilicatos e formação de géis cimentantes.

Nesse sentido, as reações de álcali-ativação nas misturas RMF/LAA pré/pós-lixiviação em todos os tempos de cura são de baixa intensidade para efetuar alterações significativa nos padrões de DRX em virtude dos produtos cimentantes (e.g. C-A-S-H/N-A-S-H) (AKINYEMI 2020). Também, os níveis elevados de intensidade dos picos característicos do quartzo dificultam a identificação de pequenas mudanças e formação de fases amorfas na composição mineralógica das amostras (MOUKANNAA 2020). Contudo, a formação de géis cimentantes pode ser verificada por meio de análises de FTIR.

3.4 Composição química

Os resultados de FTIR (Figura 21) permitem identificar qualitativamente os compostos químicos presentes nas misturas de RMF-LAA, sendo possível validar a formação de produtos cimentantes e correlacionar ao comportamento mecânico e de lixiviação. Presente em todas as amostras, a faixa de banda entre 912 e 914 cm^{-1} é referente a ligações base Si-O-Al atribuídas à caulinita (CHUKANOV, 2014), mineral presente no RMF. A banda de 469 cm^{-1} está relacionada à vibração de alongamento das ligações Fe-O-H atribuídas à goethita e a banda de alongamento inferior em 537 cm^{-1} está associada à presença de hematita com ligações idênticas (CHUKANOV, 2014; QUEIROZ *et al.*, 2022). Os picos entre as faixas de banda de 670 e 800 cm^{-1} são atribuídos ao estiramento simétrico das ligações Al-O-Si ou Si-O-Si, indicando a formação de gel de aluminossilicato, majoritariamente composto por Al (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2008; REES *et al.*, 2008; SUN *et al.*, 2024). Presentes em todas as amostras, os picos 3619 e 3669 cm^{-1} são provenientes do estiramento de ligações O-H entre os modos residuais de caulinita, goethita, axial assimétrico e simétrico do Al-O-H e Al tetraédrico, picos característicos de misturas contendo RMF (KAZE *et al.*, 2017).

Nas amostras pós-lixiviação de 60 e 90 e principalmente de 180 dias observam-se uma deformação no pico referente a banda 3443 cm^{-1} associado a vibrações de estiramento de moléculas de água (ligação H-O-H) (MOUKANNAA *et al.*, 2018). Estas alterações podem estar relacionadas ao procedimento do ensaio de lixiviação, possivelmente devido a uma maior interação das moléculas H-O-H nas matrizes de RMF-LAA, porém, este comportamento não é evidenciado na amostra de 365 dias pós-lixiviação. Este último pode ser explicado pela maior densidade da matriz ocasionada pelo consumo de H-O-H pelas reações de policondensação de aluminossilicatos na amostra curada por um longo período de tempo (DE VARGAS *et al.*, 2014). A região da banda de absorção entre 1627-1649 cm^{-1} presente em todas as amostras,

exceto na amostra de 365 dias pós-lixiviação, indica a vibração de flexão H-O-H (MOUKANNA *et al.*, 2018).

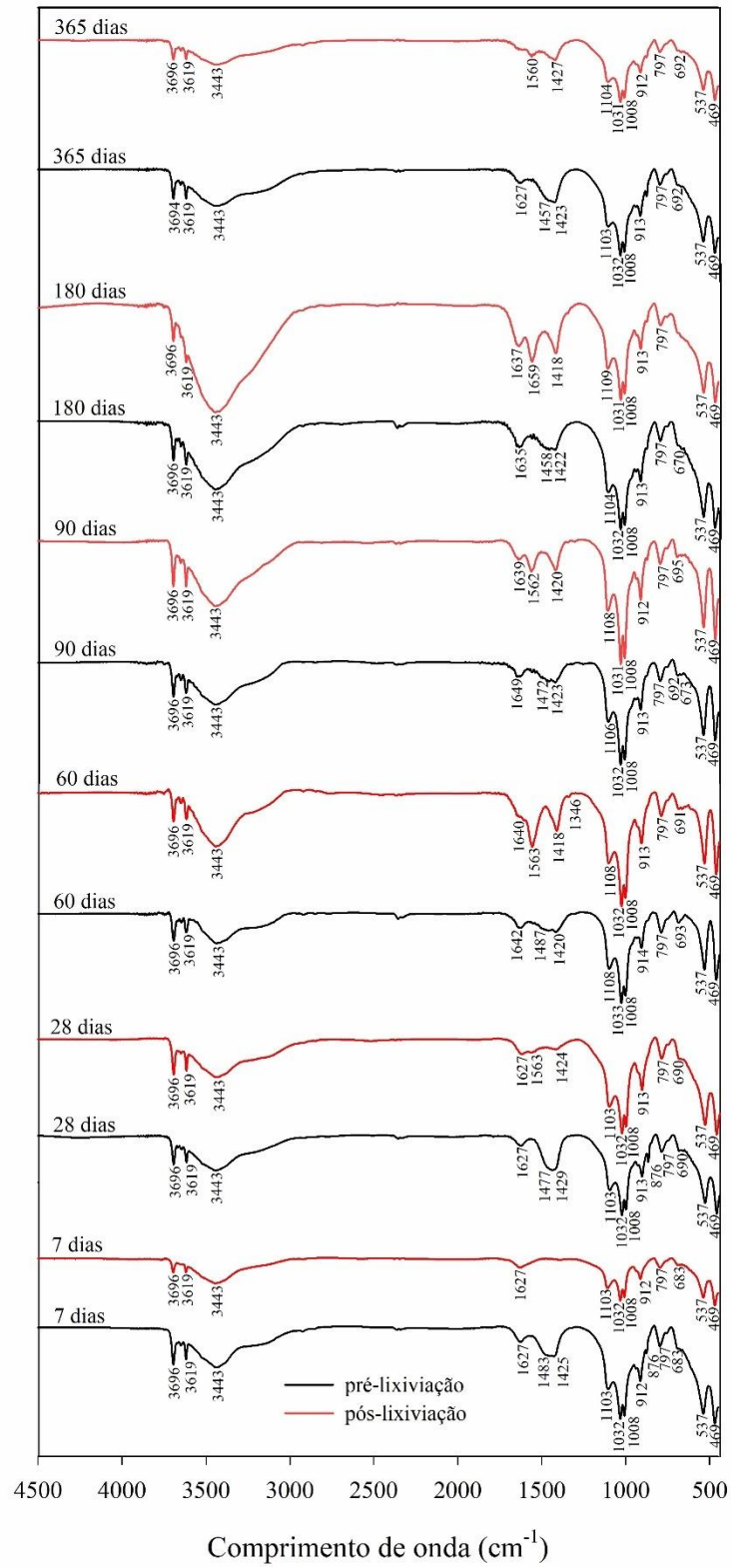


Fig 21. FTIR de amostras de RMF-LAA pré e pós lixiviação entre 7 e 365 dias.

A banda de absorção na região de 1418-1487 cm^{-1} presente em todas as amostras pré-lixiviação e o pico na banda de 876 cm^{-1} , nas amostras de 7 e 28 dias pré-lixiviação, correspondem as ligações C-O, indicando a presença de grupos CO_3^{2-} , espécimes de geopolímeros calcinados e não tratados oriundos da inevitável formação de carbonatos por meio da reação do óxido de metal alcalino (NaOH) com o ar ambiente (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2008; GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2011; KAZE *et al.*, 2017). Em todas as amostras pós-lixiviação é possível observar uma diminuição na faixa de banda das ligações C-O e um alongamento do pico na faixa de banda entre 1418-1427 cm^{-1} , indicando a degradação das fases da mistura álcali-ativada em decorrência do teste de lixiviação, o que resulta na lixiviação dos carbonatos (BERNAL *et al.*, 2013; SRINIVASAMURTHY *et al.*, 2023; SHAGÑAY *et al.*, 2023). Na amostra de 7 dias pós-lixiviação é possível observar a ausência das faixas das bandas supracitadas, indicando uma lixiviação completa das fases carbonatadas. Sistemas álcali-ativados que utilizam ativadores alcalinos em menores concentrações, resultam em uma maior disponibilidade de íons livres de Si/Ca em menores tempos de cura, os quais ainda não atuaram nas reações de policondensação dos aluminossilicatos da mistura RMF-LAA, acarretando a lixiviação destes íons (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2011; PROVIS, 2018). Entretanto, para amostras com maiores tempos de cura (>28 dias), a lixiviação dos carbonatos conduz à formação de fases hidratadas O-H-O, evidenciadas a partir do surgimento dos picos nas faixas de banda entre 1549 e 1562 cm^{-1} (WANG *et al.*, 2014; GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2011).

O pico referente a faixa de banda 1031 e 1033 cm^{-1} é atribuído ao alongamento assimétrico de Si-O-T (T=Al ou Si), refere-se a uma fase rica em Si com baixo teor de Al, proveniente dos óxidos dos precursores (neste caso, CBCA) que não participaram das reações de álcali-ativação, resultando em uma rede de silicato com uma extensão menor de substituição de Al do que os géis N-A-S-H/C-A-S-H, com comprimento e ângulo de ligação aumentado (REES *et al.*, 2008; SRINIVASAMURTHY *et al.*, 2023). A banda de absorção presente em todas as amostras entre os picos 1003 e 1008 cm^{-1} está atribuída ao estiramento assimétrico de Si-O-T (T=Al ou Si) características de presença de gel N-A-S-H, sugerindo a polimerização da rede de aluminossilicato em amostras com $\text{pH} < 11$ (GARCIA-LODEIRO *et al.*, 2008; SUN *et al.*, 2024; SRINIVASAMURTHY *et al.*, 2023; SHAGÑAY *et al.*, 2023). Estudos realizados por Sun *et al.* (2024) verificaram que ligações Si-O-T entre a faixa de banda de $\sim 1000 \text{ cm}^{-1}$ referentes aos géis de aluminossilicatos (N-A-S-H) são menos suscetíveis a ataques ácidos entre $\text{pH} 4$ e 6 , não apresentando alterações significativas. O mesmo comportamento é visualizado neste trabalho, onde as faixas de bandas referentes as ligações Si-O-T entre as faixas de banda

de $\sim 1000 \text{ cm}^{-1}$ não sofrem mudanças expressivas pós o ensaio de lixiviação com solução ácida (pH 5).

4 Conclusões

A partir dos ensaios e análises realizados, apresentam-se as seguintes conclusões parciais:

- a. Mistura RMF-LAA com 60 dias de tempo de cura apresentou a maior resistência média (6,47 MPa), cerca de 168% a mais quando comparado com a mistura RMF-LAA com 28 dias de tempo de cura (3,86 Mpa). Após 60 dias de tempo de cura ocorre a estabilização no ganho de RCS;
- b. Mistura RMF-LAA com 7 dias de cura encapsulou Pb e lixiviou Al, Mn, Ba e Zn. Com 28 e 60 dias de tempo de cura, as misturas RMF-LAA apresentaram apenas lixiviação expressiva de Ba e um pequeno resquíio de Zn na mistura com 60 dias de tempo de cura. A partir de 90 dias de tempo de cura é observado um encapsulamento total de todos os metais;
- c. O teste de lixiviação não alterou significativamente a mineralogia das misturas RMF-LAA para os tempos de cura analisados. Todas as amostras apresentam uma mineralogia composta pelas principais fases semicristalinas e cristalinas presentes no RMF, CBCA e CCOH;
- d. Faixas de bandas relacionadas as ligações Si-O-T (T=Al ou Si) características de presença de gel N-A-S-H foram identificadas nas amostras pré e pós lixiviação. A exposição da mistura RMF-LAA ao ambiente ácido resultou na degradação das ligações C-O, ocasionando na lixiviação de carbonatos.

Referências

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 10004**: Resíduos sólidos – classificação. Rio de Janeiro, 2004a.

_____. **NBR 10005**: Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro, 2004b.

_____. **NBR 10006**: Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro, 2004c.

_____. **NBR 12025**: Solo-cimento — Ensaio de compressão simples de corpos de prova cilíndricos — Método de ensaio. Rio de Janeiro, 2004.

ADEDIRAN, A.; YLINIEMI, J.; ILLIKAINEN, M. Mineralogy and glass content of Fe-rich fayalite slag size fractions and their effect on alkali activation and leaching of heavy metals.

Ceramic Engineering & Science, p. 1–14, 2021.

ALMADA, B. S.; ALVES DA SILVA NETO, G.; FRAGA DO PRADO, D.; PAULINO AGUILAR, M. T.; SILVA GARCIA, D. C.; BRIGOLINI SILVA, G. J.; JOSÉ DOS SANTOS, W. Evaluation of the microstructure and micromechanics properties of structural mortars with addition of iron ore tailings. **Journal of Building Engineering**, v. 63, p. 1–17, 2023.

ALONSO PIPPO, W.; GARZONE, P.; CORNACCHIA, G. Agro-industry sugarcane residues disposal: The trends of their conversion into energy carriers in Cuba. **Waste Management**, v. 27, n. 7, p. 869–885, 2007.

ANDREW, R. M. Global CO₂ emissions from cement production, 1928-2017. **Earth System Science Data**, v. 10, n. 4, p. 2213–2239, 2018.

ARAÚJO, M. T. DE; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; CONSOLI, N. C. Mechanical and Environmental Performance of Eggshell Lime for Expansive Soils Improvement. **Transportation Geotechnics**, v. 31, 2021.

ARAÚJO, M. T. DE; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; SILVA, G. J. B.; CONSOLI, N. C. Strength, mineralogy, microstructure and statistical analysis of alkali-activated sugarcane bagasse ash-eggshell lime pastes. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 35, n. 6, p. 04023107, 2023.

ASTM. C511: Standard Specification for Mixing Rooms, Moist Cabinets, Moist Rooms, and Water Storage Tanks Used in the Testing of Hydraulic Cements and Concretes. **American Society for Testing and Materials**, p. 1–3, 2019.

BERENGUER, R. A.; CAPRARO, A. P. B.; DE MEDEIROS, M. H. F.; CARNEIRO, A. M. P.; DE OLIVEIRA, R. A. Sugar cane bagasse ash as a partial substitute of Portland cement: Effect on mechanical properties and emission of carbon dioxide. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, n. 2, p. 103655, 2020.

BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; WALKLEY, B.; SAN NICOLAS, R.; GEHMAN, J. D.; BRICE, D. G.; KILCULLEN, A. R.; DUXSON, P.; VAN DEVENTER, J. S. J. Gel nanostructure in alkali-activated binders based on slag and fly ash, and effects of accelerated carbonation. **Cement and Concrete Research**, v. 53, p. 127–144, 2013.

BERNAL, S. A.; PROVIS, J. L.; MYERS, R. J.; SAN NICOLAS, R.; VAN DEVENTER, J. S. J. Role of carbonates in the chemical evolution of sodium carbonate-activated slag binders. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 48, n. 3, p. 517–529, 2014.

BRAGAGNOLO, L.; PRIETTO, P. D. M.; KORF, E. P. Mining tailings and alkali activation: a comprehensive bibliometric review. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 59, p. 88440–88460, 2022.

- BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; TONINI DE ARAÚJO, M.; FERRAZZO, S. T.; MARQUES, S. F. V.; CONSOLI, N. C. Green Stabilization of Bauxite Tailings: Mechanical Study on Alkali-Activated Materials. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 33, n. 11, p. 06021007, 2021.
- BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; KORF, E. P.; SALDANHA, R. B.; CONSOLI, N. C. Leaching assessment of cemented bauxite tailings through wetting and drying cycles of durability test. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 39, p. 59247–59262, 2022.
- CAICEDO, M. A. L. **Melhoramento de um solo granular por ativação alcalina de resíduos de cerâmica vermelha e cal de carbureto**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2020.
- CARMIGNANO, O. R.; VIEIRA, S. S.; TEIXEIRA, A. P. C.; LAMEIRAS, F. S.; BRANDÃO, P. R. G.; LAGO, R. M. Iron Ore Tailings: Characterization and Applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 32, n. 10, p. 1895–1911, 2021.
- CHUKANOV, N. V. **Infrared spectra of mineral species: Extended library**. [s.l.] Springer Geochemistry/Mineralogy, 2014.
- CONAMA. Resolução N° 460, de 30 de dezembro de 2013. **Conselho Nacional do Meio Ambiente**, p. 1–2, 2013.
- CONSOLI, N. C.; DALLA ROSA, A.; SALDANHA, R. B. Variables Governing Strength of Compacted Soil–Fly Ash–Lime Mixtures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 25, n. 7, p. 864–870, 2011.
- CONSOLI, N. C.; CAICEDO, A. M. L.; BECK SALDANHA, R.; FILHO, H. C. S.; ACOSTA, C. J. M. Eggshell Produced Limes: Innovative Materials for Soil Stabilization. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 32, n. 11, p. 06020018, 2020.
- CONSOLI, N. C.; VOGT, J. C.; SILVA, J. P. S.; CHAVES, H. M.; FILHO, H. C. S.; MOREIRA, E. B.; LOTERO, A. Behaviour of Compacted Filtered Iron Ore Tailings–Portland Cement Blends: New Brazilian Trend for Tailings Disposal by Stacking. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 12, n. 2, 2022.
- COSTA, E. R. DA C.; CHAVES, M. S.; MATOS, M. DA S.; SANTOS, R. V. O. Boletim da Mineração 2023. **Diretoria de Estudos e Pesquisas Socioeconômico e Análise Conjuntural - DIEPSAC**, p. 46, 2023.
- CRISTELO, N.; RIVERA, J.; MIRANDA, T.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Stabilisation of a plastic soil with alkali activated cements developed from industrial wastes. **Sustainability (Switzerland)**, v. 13, n. 8, 2021.

- DA SILVA, H. E.; BENVINDO-SOUZA, M.; SILVA, D. DE M. E.; FILHO, N. R. A. Genotoxic and mutagenic evaluation in *Eisenia foetida* annelids exposed to iron ore tailings from the region of Brumadinho, MG, Brazil. **Environmental Toxicology and Pharmacology**, v. 102, 2023.
- DAVILA, R. B.; FONTES, M. P. F.; PACHECO, A. A.; FERREIRA, M. DA S. Heavy metals in iron ore tailings and floodplain soils affected by the Samarco dam collapse in Brazil. **Science of the Total Environment**, v. 709, p. 136151, 2020.
- DE JESUS, C. A. G.; JOAQUIM, L. G. Sumário Brasileiro Mineral 2020: Ferro. **Agência Nacional de Mineração**, p. 1–3, 2020.
- DE VARGAS, A. S.; DAL MOLIN, D. C. C.; MASUERO, Â. B.; VILELA, A. C. F.; CASTRO-GOMES, J.; GUTIERREZ, R. M. Strength development of alkali-activated fly ash produced with combined NaOH and Ca(OH)₂ activators. **Cement and Concrete Composites**, v. 53, p. 341–349, 2014.
- DOS SANTOS, C. P.; BRUSCHI, G. J.; MATTOS, J. R. G.; CONSOLI, N. C. Stabilization of gold mining tailings with alkali-activated carbide lime and sugarcane bagasse ash. **Transportation Geotechnics**, v. 32, 2022.
- DURAN ATIŞ, C.; BILIM, C.; ÇELIK, Ö.; KARAHAN, O. Influence of activator on the strength and drying shrinkage of alkali-activated slag mortar. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 1, p. 548–555, 2009.
- FARENZENA, H. P. **Estabilização de resíduo de mineração de ferro por meio de um sistema ligante álcali-ativado de metacaulim e silicato de sódio alternativo**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2023.
- FANG, S.; LAM, E. S. S.; LI, B.; WU, B. Effect of alkali contents, moduli and curing time on engineering properties of alkali activated slag. **Construction and Building Materials**, v. 249, 2020.
- FENG, Y.-S.; ZHOU, S.-J.; XIA, W.-Y.; DU, Y.-J. Solidify/stabilise a heavy metal-contaminated soil using a novel steel slag-based binder. **Environmental Geotechnics**, p. 1–16, 2020.
- FERRAZ, E.; GAMELAS, J. A. F.; COROADO, J.; MONTEIRO, C.; ROCHA, F. Eggshell waste to produce building lime: calcium oxide reactivity, industrial, environmental and economic implications. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 51, n. 5, 2018.
- FERRAZZO, S. T.; ARAÚJO, M. T. DE; BRUSCHI, G. J.; CHAVES, H. M.; KORF, E. P.; CONSOLI, N. C. Mechanical and environmental behavior of waste foundry sand stabilized

with alkali-activated sugar cane bagasse ash-eggshell lime binder. **Construction and Building Materials**, 2023.

FERRAZZO, S. T.; ARAÚJO, M. T. DE; CONSOLI, N. C. Which solution is more sustainable: Waste foundry sand stabilized with alkali-activated binder or Portland cement?. **Journal of Building Engineering**, v. 84, n. 8, p. 1–18, 2024.

FRACARO, T. P. **Análise do comportamento mecânico de rejeito de minério de ferro submetido a ativação alcalina pelo método “two parts”**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2022.

FREITAS, C. M.; DA SILVA, M. A. Work accidents which become disasters: Mine tailing dam failures in Brazil. **Revista Brasileira de Medicina do Trabalho**, v. 17, n. 1, p. 21–29, 2019.

GARCIA-LODEIRO, I.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; BLANCO, M. T.; PALOMO, A. FTIR study of the sol-gel synthesis of cementitious gels: C-S-H and N-A-S-H. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 45, n. 1, p. 63–72, 2008.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; MACPHEE, D. E. Compatibility studies between N-A-S-H and C-A-S-H gels. Study in the ternary diagram $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$. **Cement and Concrete Research**, v. 41, n. 9, p. 923–931, 2011.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. **An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders**. [s.l.] Woodhead Publishing Limited, 2015.

GHORBANI, S.; STEFANINI, L.; SUN, Y.; WALKLEY, B.; PROVIS, J. L.; DE SCHUTTER, G.; MATTHYS, S. Characterisation of alkali-activated stainless steel slag and blast-furnace slag cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 143, p. 105230, 2023.

HUANG, S.; PI, Z.; CAI, C.; LI, H. Utilization of high-sulfur iron ore tailings in cement mortar by considering the influence of curing temperature and tailing content. **Journal of Building Engineering**, v. 74, p. 106826, 2023.

HOSSEINI, S.; BRAKE, N. A.; NIKOOKAR, M.; GÜNAYDIN-ŞEN, Ö.; SNYDER, H. A. Enhanced strength and microstructure of dredged clay sediment-fly ash geopolymer by mechanochemical activation. **Construction and Building Materials**, v. 301, p. 123984, 2021.

JACQUES, D.; WANG, L.; MARTENS, E.; MALLANTS, D. Modelling chemical degradation of concrete during leaching with rain and soil water types. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 8, p. 1306–1313, 2010.

JAMIESON, E.; MCLELLAN, B.; RIESSEN, A. VAN; NIKRAZ, H. Comparison of embodied energies of Ordinary Portland Cement with Bayer-derived geopolymer products. **Journal of**

Cleaner Production, v. 99, p. 112–118, 2015.

JASKULSKI, F. M. **Análise do Comportamento Mecânico de Rejeito de Minério de Ferro Submetido a Ativação Alcalina pelo Método “One-Part”**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2022.

KANG, X.; GAN, Y.; CHEN, R.; ZHANG, C. Sustainable eco-friendly bricks from slate tailings through geopolymerization: synthesis and characterization analysis. **Construction and Building Materials**, v. 278, p. 122337, 2021.

KAZE, R. C.; BELEUK À MOUNGAM, L. M.; FONKWE DJOUKA, M. L.; NANA, A.; KAMSEU, E.; CHINJE MELO, U. F.; LEONELLI, C. The corrosion of kaolinite by iron minerals and the effects on geopolymerization. **Applied Clay Science**, v. 138, p. 48–62, 2017.

KEFENI, K. K.; MSAGATI, T. A. M.; MAMBA, B. B. Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 151, p. 475–493, 2017.

KIVENTERÄ, J.; SREENIVASAN, H.; CHEESEMAN, C.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. Immobilization of sulfates and heavy metals in gold mine tailings by sodium silicate and hydrated lime. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 5, p. 6530–6536, 2018.

KOMONWEERAKET, K.; CETIN, B.; BENSON, C. H.; AYDILEK, A. H.; EDIL, T. B. Leaching characteristics of toxic constituents from coal fly ash mixed soils under the influence of pH. **Waste Management**, v. 38, n. 1, p. 174–184, 2015a.

KOMONWEERAKET, K.; CETIN, B.; AYDILEK, A. H.; BENSON, C. H.; EDIL, T. B. Effects of pH on the leaching mechanisms of elements from fly ash mixed soils. **Fuel**, v. 140, p. 788–802, 2015.

KUMAR KATTA, A.; DAVIS, M.; KUMAR, A. Assessment of greenhouse gas mitigation options for the iron, gold, and potash mining sectors. **Journal of Cleaner Production**, v. 245, p. 118718, 2020.

LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; CONSOLI, N. C.; KORF, E. P. Mechanical and microstructural properties of iron mining tailings stabilized with alkali-activated binder produced from agro-industrial wastes. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, p. 1–16, 2023.

MARUTHUPANDIAN, S.; CHALIASOU, A.; KANELLOPOULOS, A. Recycling mine tailings as precursors for cementitious binders – Methods, challenges and future outlook. **Construction and Building Materials**, v. 312, 2021.

MARVILA, M. T.; GARCEZ DE AZEVEDO, A. R.; TOSTES LINHARES JÚNIOR, J. A.;

- FONTES VIEIRA, C. M. Activated alkali cement based on blast furnace slag: effect of curing type and concentration of Na₂O. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 23, p. 4551–4565, 2023.
- MENDES, B. C.; PEDROTI, L. G.; VIEIRA, C. M. F.; MARVILA, M.; AZEVEDO, A. R. G.; FRANCO DE CARVALHO, J. M.; RIBEIRO, J. C. L. Application of eco-friendly alternative activators in alkali-activated materials: A review. **Journal of Building Engineering**, v. 35, 2021.
- MILLER, S. A.; MYERS, R. J. Environmental Impacts of Alternative Cement Binders. **Environmental Science & Technology**, v. 54, p. 677–686, 2020.
- MITCHELL, J. K.; SOGA, K. **Fundamentals of Soil Behavior**. [s.l: s.n.]. v. 3, 2005.
- MOUKANNAA, S.; LOUTOU, M.; BENZAAZOUA, M.; VITOLA, L.; ALAMI, J.; HAKKOU, R. Recycling of phosphate mine tailings for the production of geopolymers. **Journal of Cleaner Production**, v. 185, p. 891–903, 2018.
- NOVO, C. C.; SENFF, L.; SEABRA, M. P.; NOVAIS, R. M.; LABRINCHA, J. A. The role of an industrial alkaline wastewater in the alkali activation of biomass fly Ash. **Applied Sciences**, v. 12, p. 3612, 2022.
- PALACIOS, M.; PALOMO, A. Alkali-activated fly ash matrices for lead immobilisation: a comparison of different leaching tests. **Advances in Cement Research**, v. 16, n. 4, p. 137–144, 2004.
- PAN, Z.; ZHANG, C.; LI, Y.; YANG, C. Solidification/stabilization of gold ore tailings powder using sustainable waste-based composite geopolymer. **Engineering Geology**, v. 309, p. 106793, 2022.
- PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. **Cement and Concrete Research**, v. 114, p. 40–48, 2018.
- QUEIROZ, L. C.; BATISTA, L. L. S.; SOUZA, L. M. P.; LIMA, M. D.; DANIELI, S.; BRUSCHI, G. J.; BERGMANN, C. P. Alkali-activated system of carbide lime and rice husk for granular soil stabilization. **Proceedings of the Institution of Civil Engineers: Ground Improvement**, n. 4, 2022.
- REES, C. A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; VAN DEVENTER, J. S. J. The mechanism of geopolymer gel formation investigated through seeded nucleation. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 318, n. 1–3, p. 97–105, 2008.
- SÁ, T. S. W.; ODA, S.; KARLA CASTELO BRANCO LOUBACK BALTHAR, V. M.; TOLEDO FILHO, R. D. Use of iron ore tailings and sediments on pavement structure. **Construction and Building Materials**, v. 342, p. 128072, 2022.

- SALDANHA, R. B.; CAICEDO, A. M. L.; DE ARAÚJO, M. T.; SCHEUERMANN FILHO, H. C.; MONCALEANO, C. J.; SILVA, J. P. S.; CONSOLI, N. C. Potential use of iron ore tailings for binder production: A life cycle assessment. **Construction and Building Materials**, v. 365, 2023.
- SERVI, S.; LOTERO, A.; SILVA, J. P. S.; BASTOS, C.; CONSOLI, N. C. Mechanical response of filtered and compacted iron ore tailings with different cementing agents: Focus on tailings-binder mixtures disposal by stacking. **Construction and Building Materials**, v. 349, 2022.
- SIQUEIRA, D.; CESAR, R.; LOURENÇO, R.; SALOMÃO, A.; MARQUES, M.; POLIVANOV, H.; TEIXEIRA, M.; VEZZONE, M.; SANTOS, D.; KOIFMAN, G.; FERNANDES, Y.; RODRIGUES, A. P.; ALEXANDRE, K.; CARNEIRO, M.; BERTOLINO, L. C.; FERNANDES, N.; DOMINGOS, L.; CASTILHOS, Z. C. Terrestrial and aquatic ecotoxicity of iron ore tailings after the failure of VALE S.A mining dam in Brumadinho (Brazil). **Journal of Geochemical Exploration**, v. 235, 2022.
- SRINIVASAMURTHY, L.; CHEVALI, V. S.; ZHANG, Z.; WANG, H. Effect of fly ash to slag ratio and Na₂O content on leaching behaviour of fly Ash/Slag based alkali activated materials. **Construction and Building Materials**, v. 383, n. 4, p. 131234, 2023.
- SUN, K.; ALI, H. A.; XUAN, D.; POON, C. S. Sulfuric acid resistance behaviour of alkali-activated slag and waste glass powder blended precursors. **Cement and Concrete Composites**, v. 145, n. 9, p. 105319, 2024.
- TIAN, X.; XU, W.; SONG, S.; RAO, F.; XIA, L. Effects of curing temperature on the compressive strength and microstructure of copper tailing-based geopolymers. **Chemosphere**, v. 253, p. 126754, 2020.
- USEPA. Method 1311: Toxicity Characteristic Leaching Procedure. In: **Hazardous Waste Test Methods/SW-846**. 1. ed. [s.l.] United States Environmental Protection Agency, 1992. p. 1–35.
- USEPA. Characteristics - Introduction and regulatory definitions. In: **Hazardous Waste Test Methods/SW-846**. 4. ed. Washington, USA: United States Environmental Protection Agency, 2004. p. 1–7.
- USEPA. **Ground Water and Drinking Water: National Primary Drinking Water Regulations**. Disponível em: <<https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulations#Inorganic>>. Acesso em: 20 nov. 2022.
- VROM. Dutch Target and Intervention Values. **Ministerie van Volksuisveting Ruimtelijke Ordening en Milieubeheer**, p. 1–51, 2000.

- VU, T. H.; GOWRIPALAN, N. Mechanisms of heavy metal immobilisation using geopolymerisation techniques – A review. **Journal of Advanced Concrete Technology**, v. 16, p. 124–135, 2018.
- WANG, S.; PENG, X.; TANG, L.; ZENG, L.; LAN, C. Influence of inorganic admixtures on the 11 Å-tobermorite formation prepared from steel slags: XRD and FTIR analysis. **Construction and Building Materials**, v. 60, p. 42–47, 2014.
- WANG, Y.; NI, W.; ZHANG, S.; LI, J.; SURANENI, P. Optimal mixture designs for heavy metal encapsulation in municipal solid waste. **Applied Sciences**, v. 10, p. 6948, 2020.
- WANG, M.; WANG, Q.; MAO, J.; XU, S.; SHI, Z. Study on water-repellent and corrosion-resistant properties of cement mortar using superhydrophobic iron ore tailings. **Journal of Building Engineering**, v. 62, p. 105360, 2022.
- XIA, D.; CHEN, R.; CHENG, J.; TANG, Y.; XIAO, C.; LI, Z. Desert sand-high calcium fly ash-based alkali-activated mortar: Flowability, mechanical properties, and microscopic analysis. **Construction and Building Materials**, v. 398, p. 131729, 2023.
- XU, P.; ZHAO, Q.; QIU, W.; XUE, Y. The Evaluation of the Heavy Metal Leaching Behavior of MSWI-FA Added Alkali-Activated Materials Bricks by Using Different Leaching Test Methods. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 16, p. 1151, 2019.
- YANG, M.; ZHENG, Y.; LI, X.; YANG, X.; RAO, F.; ZHONG, L. Durability of alkali-activated materials with different C–S–H and N-A-S-H gels in acid and alkaline environment. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 16, p. 619–630, 2022.
- YAO, G.; WANG, Q.; WANG, Z.; WANG, J.; LYU, X. Activation of hydration properties of iron ore tailings and their application as supplementary cementitious materials in cement. **Powder Technology**, v. 360, p. 863–871, 2020.
- ZAHMAK, A.; ABDALLAH, M.; JARAH, B.; ARAB, M. G. Environmental performance of alkali-activated binders for ground improvement. **Transportation Geotechnics**, v. 31, p. 100631, 2021.
- ZHANG, N.; HEDAYAT, A.; FIGUEROA, L.; STEIRER, K. X.; LI, H.; BOLAÑOS SOSA, H. G.; HUAMANI BERNAL, R. P.; TUPA, N.; MORALES, I. Y.; CANAHUA LOZA, R. S. Experimental studies on the durability and leaching properties of alkali-activated tailings subjected to different environmental conditions. **Cement and Concrete Composites**, v. 130, 2022.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho avaliou o desempenho mecânico e ambiental do rejeito da mineração de ferro estabilizado com ligante álcali-ativado de cinza de bagaço de cana-de-açúcar, cal de casca de ovo e hidróxido de sódio. Neste sentido, a partir dos experimentos e análises realizados nesta pesquisa, são apresentadas as seguintes considerações finais:

- a) A resistência à compressão simples, resistência à tração por compressão diametral e rigidez inicial das misturas RMF-LAA foram significativamente influenciadas por todos os fatores avaliados, principalmente pelo teor de ligante e peso específico unitário seco. Além disso, nas misturas RMF-LAA com 7 e 28 dias de tempo de cura o aumento da temperatura de cura de 23°C para 40°C resultou na maximização da resistência à compressão não confinada devido à aceleração das reações químicas. Mistura RMF-LAA com 60 dias de tempo de cura apresentou a maior resistência média (6,47 MPa), cerca de 168% a mais quando comparado com a mistura RMF-LAA com 28 dias de tempo de cura (3,86 Mpa). Após 60 dias de tempo de cura ocorre a estabilização no ganho de RCS;
- b) Misturas RMF-LAA com 7 e 28 dias de tempo de cura, com maior resistência à compressão não confinada também apresentaram maior resistência à tração por compressão diametral e rigidez inicial, indicando uma correlação direta entre resistência e rigidez para todas as combinações estudadas;
- c) O índice $\eta/Biv^{0,28}$ mostrou-se um parâmetro adequado para avaliar a estabilização/solidificação de RMF quanto à resistência à compressão não confinada, resistência à tração por compressão diametral e rigidez inicial. Este índice permitiu a unificação dos resultados em uma única relação, substituindo estratégias convencionais de tentativa e erro que normalmente são trabalhosas e demoradas;
- d) A análise microestrutural mostrou que o aumento da temperatura e do tempo de cura das misturas RMF-LAA aumenta o consumo de portlandita do CCOH, potencializando a formação do gel cimentante (N-A-S-H). O aumento do período de cura também levou à redução dos vazios das misturas, corroborando o comportamento observado nos resultados mecânicos;
- e) Mistura RMF-LAA com 7 dias de cura encapsulou Pb e lixiviou Al, Mn, Ba e Zn. Com 28 e 60 dias de tempo de cura, as misturas RMF-LAA apresentaram apenas lixiviação expressiva de Ba e um pequeno resquíio de Zn na mistura com 60 dias de tempo de

cura. A partir de 90 dias de tempo de cura é observado um encapsulamento total de todos os metais;

- f) O teste de lixiviação não alterou significativamente a mineralogia das misturas RMF-LAA para os tempos de cura analisados. Todas as amostras apresentam uma mineralogia composta pelas principais fases semicristalinas e cristalinas presentes no RMF, CBCA e CCOH;
- g) Faixas de bandas relacionadas às ligações Si-O-T (T=Al ou Si) características de presença de gel N-A-S-H foram identificadas nas amostras pré e pós lixiviação. A exposição da mistura RMF-LAA ao ambiente ácido resultou na degradação das ligações C-O, ocasionando na lixiviação de carbonatos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMADA, B. S.; ALVES DA SILVA NETO, G.; FRAGA DO PRADO, D.; PAULINO AGUILAR, M. T.; SILVA GARCIA, D. C.; BRIGOLINI SILVA, G. J.; JOSÉ DOS SANTOS, W. Evaluation of the microstructure and micromechanics properties of structural mortars with addition of iron ore tailings. **Journal of Building Engineering**, v. 63, p. 1–17, 2023.
- ALONSO PIPPO, W.; GARZONE, P.; CORNACCHIA, G. Agro-industry sugarcane residues disposal: The trends of their conversion into energy carriers in Cuba. **Waste Management**, v. 27, n. 7, p. 869–885, 2007.
- ANM - Agência Nacional de Mineração: **Anuário Mineral Brasileiro: Principais Substâncias Metálicas/Agência Nacional de Mineração**; coordenação técnica de Marina Dalla Costa – Brasília, 2020
- ANDREW, R. M. Global CO₂ emissions from cement production, 1928-2017. **Earth System Science Data**, v. 10, n. 4, p. 2213–2239, 2018.
- ARAÚJO, M. T. DE; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; SILVA, G. J. B.; CONSOLI, N. C. Strength, mineralogy, microstructure and statistical analysis of alkali-activated sugarcane bagasse ash-eggshell lime pastes. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 35, n. 6, p. 04023107, 2023.
- BERENGUER, R. A.; CAPRARO, A. P. B.; DE MEDEIROS, M. H. F.; CARNEIRO, A. M. P.; DE OLIVEIRA, R. A. Sugar cane bagasse ash as a partial substitute of Portland cement: Effect on mechanical properties and emission of carbon dioxide. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, n. 2, p. 103655, 2020.
- BRAGAGNOLO, L.; PRIETTO, P. D. M.; KORF, E. P. Mining tailings and alkali activation: a comprehensive bibliometric review. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 59, p. 88440–88460, 2022.
- BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; TONINI DE ARAÚJO, M.; FERRAZZO, S. T.; MARQUES, S. F. V.; CONSOLI, N. C. Green Stabilization of Bauxite Tailings: Mechanical Study on Alkali-Activated Materials. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 33, n. 11, p. 06021007, 2021.
- BRUSCHI, G. J.; DOS SANTOS, C. P.; LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; KORF, E. P.; SALDANHA, R. B.; CONSOLI, N. C. Leaching assessment of cemented bauxite tailings through wetting and drying cycles of durability test. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 39, p. 59247–59262, 2022.
- CARMO, F. F. DO; KAMINO, L. H. Y.; JUNIOR, R. T.; CAMPOS, I. C. DE; CARMO, F. F.

- DO; SILVINO, G.; CASTRO, K. J. DA S. X. DE; MAURO, M. L.; RODRIGUES, N. U. A.; MIRANDA, M. P. DE S.; PINTO, C. E. F. Fundação tailings dam failures: the environment tragedy of the largest technological disaster of Brazilian mining in global context. **Perspectives in Ecology and Conservation**, v. 15, n. 3, p. 145–151, 2017.
- CONSOLI, N. C.; CAICEDO, A. M. L.; BECK SALDANHA, R.; FILHO, H. C. S.; ACOSTA, C. J. M. Eggshell Produced Limes: Innovative Materials for Soil Stabilization. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 32, n. 11, p. 06020018, 2020.
- CONSOLI, N. C.; VOGT, J. C.; SILVA, J. P. S.; CHAVES, H. M.; FILHO, H. C. S.; MOREIRA, E. B.; LOTERO, A. Behaviour of Compacted Filtered Iron Ore Tailings–Portland Cement Blends: New Brazilian Trend for Tailings Disposal by Stacking. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 12, n. 2, 2022.
- COSTA, E. R. DA C.; CHAVES, M. S.; MATOS, M. DA S.; SANTOS, R. V. O. Boletim da Mineração 2023. **Diretoria de Estudos e Pesquisas Socioeconômico e Análise Conjuntural - DIEPSAC**, p. 46, 2023.
- CRISTELO, N.; RIVERA, J.; MIRANDA, T.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. Stabilisation of a plastic soil with alkali activated cements developed from industrial wastes. **Sustainability (Switzerland)**, v. 13, n. 8, 2021.
- DOS SANTOS, C. P.; BRUSCHI, G. J.; MATTOS, J. R. G.; CONSOLI, N. C. Stabilization of gold mining tailings with alkali-activated carbide lime and sugarcane bagasse ash. **Transportation Geotechnics**, v. 32, 2022.
- FERRAZ, E.; GAMELAS, J. A. F.; COROADO, J.; MONTEIRO, C.; ROCHA, F. Eggshell waste to produce building lime: calcium oxide reactivity, industrial, environmental and economic implications. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 51, n. 5, 2018.
- FERRAZZO, S. T.; ARAÚJO, M. T. DE; BRUSCHI, G. J.; CHAVES, H. M.; KORF, E. P.; CONSOLI, N. C. Mechanical and environmental behavior of waste foundry sand stabilized with alkali-activated sugar cane bagasse ash-eggshell lime binder. **Construction and Building Materials**, 2023.
- FREITAS, C. M.; DA SILVA, M. A. Work accidents which become disasters: Mine tailing dam failures in Brazil. **Revista Brasileira de Medicina do Trabalho**, v. 17, n. 1, p. 21–29, 2019.
- GAN, Y.; GRIFFIN, W. M. Analysis of life-cycle GHG emissions for iron ore mining and processing in China—Uncertainty and trends. **Resources Policy**, v. 58, n. March, p. 90–96, 2018.

- GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. **An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders.** [s.l.] Woodhead Publishing Limited, 2015.
- GHORBANI, S.; STEFANINI, L.; SUN, Y.; WALKLEY, B.; PROVIS, J. L.; DE SCHUTTER, G.; MATTHYS, S. Characterisation of alkali-activated stainless steel slag and blast-furnace slag cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 143, p. 105230, 2023.
- HAQUE, N.; NORRIDGE, T. **Life cycle assessment of iron ore mining and processing.** [s.l.] Elsevier Ltd., 2015.
- HUANG, S.; PI, Z.; CAI, C.; LI, H. Utilization of high-sulfur iron ore tailings in cement mortar by considering the influence of curing temperature and tailing content. **Journal of Building Engineering**, v. 74, p. 106826, 2023.
- JACQUES, D.; WANG, L.; MARTENS, E.; MALLANTS, D. Modelling chemical degradation of concrete during leaching with rain and soil water types. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 8, p. 1306–1313, 2010.
- JAMIESON, E.; MCLELLAN, B.; RIESSEN, A. VAN; NIKRAZ, H. Comparison of embodied energies of Ordinary Portland Cement with Bayer-derived geopolymer products. **Journal of Cleaner Production**, v. 99, p. 112–118, 2015.
- KEFENI, K. K.; MSAGATI, T. A. M.; MAMBA, B. B. Acid mine drainage: Prevention, treatment options, and resource recovery: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 151, p. 475–493, 2017.
- KIVENTERÄ, J.; SREENIVASAN, H.; CHEESEMAN, C.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. Immobilization of sulfates and heavy metals in gold mine tailings by sodium silicate and hydrated lime. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 5, p. 6530–6536, 2018.
- KRIVENKO, P. Why alkaline activation - 60 years of the theory and practice of alkali-activated materials. **Journal of Ceramic Science and Technology**, v. 8, n. 3, p. 323–333, 2017.
- KUMAR KATTA, A.; DAVIS, M.; KUMAR, A. Assessment of greenhouse gas mitigation options for the iron, gold, and potash mining sectors. **Journal of Cleaner Production**, v. 245, p. 118718, 2020.
- LEVANDOSKI, W. M. K.; FERRAZZO, S. T.; BRUSCHI, G. J.; CONSOLI, N. C.; KORF, E. P. Mechanical and microstructural properties of iron mining tailings stabilized with alkali-activated binder produced from agro-industrial wastes. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, p. 1–16, 2023.
- MARUTHUPANDIAN, S.; CHALIASOU, A.; KANELLOPOULOS, A. Recycling mine

- tailings as precursors for cementitious binders – Methods, challenges and future outlook. **Construction and Building Materials**, v. 312, 2021.
- MARVILA, M. T.; GARCEZ DE AZEVEDO, A. R.; TOSTES LINHARES JÚNIOR, J. A.; FONTES VIEIRA, C. M. Activated alkali cement based on blast furnace slag: effect of curing type and concentration of Na₂O. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 23, p. 4551–4565, 2023.
- MILLER, S. A.; MYERS, R. J. Environmental Impacts of Alternative Cement Binders. **Environmental Science & Technology**, v. 54, p. 677–686, 2020.
- NOVO, C. C.; SENFF, L.; SEABRA, M. P.; NOVAIS, R. M.; LABRINCHA, J. A. The role of an industrial alkaline wastewater in the alkali activation of biomass fly Ash. **Applied Sciences**, v. 12, p. 3612, 2022.
- OBENAU-EMLER, R.; FALAH, M.; ILLIKAINEN, M. Assessment of mine tailings as precursors for alkali-activated materials for on-site applications. **Construction and Building Materials**, v. 246, 2020.
- PAN, Z.; ZHANG, C.; LI, Y.; YANG, C. Solidification/stabilization of gold ore tailings powder using sustainable waste-based composite geopolymer. **Engineering Geology**, v. 309, p. 106793, 2022.
- PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. **Cement and Concrete Research**, v. 114, p. 40–48, 2018.
- SERVI, S.; LOTERO, A.; SILVA, J. P. S.; BASTOS, C.; CONSOLI, N. C. Mechanical response of filtered and compacted iron ore tailings with different cementing agents: Focus on tailings-binder mixtures disposal by stacking. **Construction and Building Materials**, v. 349, 2022.
- WANG, M.; WANG, Q.; MAO, J.; XU, S.; SHI, Z. Study on water-repellent and corrosion-resistant properties of cement mortar using superhydrophobic iron ore tailings. **Journal of Building Engineering**, v. 62, p. 105360, 2022.
- XIA, D.; CHEN, R.; CHENG, J.; TANG, Y.; XIAO, C.; LI, Z. Desert sand-high calcium fly ash-based alkali-activated mortar: Flowability, mechanical properties, and microscopic analysis. **Construction and Building Materials**, v. 398, p. 131729, 2023.
- YAO, G.; WANG, Q.; WANG, Z.; WANG, J.; LYU, X. Activation of hydration properties of iron ore tailings and their application as supplementary cementitious materials in cement. **Powder Technology**, v. 360, p. 863–871, 2020.
- ZHANG, N.; HEDAYAT, A.; FIGUEROA, L.; STEIRER, K. X.; LI, H.; BOLAÑOS SOSA, H. G.; HUAMANI BERNAL, R. P.; TUPA, N.; MORALES, I. Y.; CANAHUA LOZA, R. S.

Experimental studies on the durability and leaching properties of alkali-activated tailings subjected to different environmental conditions. **Cement and Concrete Composites**, v. 130, 2022.